



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

**KORELOVANÁ SONDOVÁ A ELEKTRONOVÁ
MIKROSKOPIE PRO STUDIUM MODERNÍCH
MAGNETICKÝCH NANOMATERIÁLŮ**

CORRELATED PROBE AND ELECTRON MICROSCOPY FOR THE STUDY OF MODERN MAGNETIC
NANOMATERIALS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Ondřej Novotný

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Michal Pavera, Ph.D.

BRNO 2021

Zadaní diplomové práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Student: **Bc. Ondřej Novotný**
Studijní program: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Studijní obor: bez specializace
Vedoucí práce: **Ing. Michal Pavera, Ph.D.**
Akademický rok: 2020/21

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Korelovaná sondová a elektronová mikroskopie pro studium moderních magnetických nanomateriálů

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Studium magnetických nanomateriálů (magnetické tenké vrstvy, nanovlákná, nanočástice aj.) představuje důležitou součást výzkumu z důvodu jejich možného uplatnění v mnoha rozličných oborech. Nanomateriály se mohou využívat například v medicíně při diagnostice i léčbě, ale také v technických oborech, kde se uplatní jako senzory nebo záznamová zařízení. Mnohé jejich aplikace jsou závislé na možnosti přesného určení a ovládání magnetizace v dané nanostruktuře, což úzce souvisí s jejím tvarem a materiálovými parametry. Za účelem studia nanostruktury je proto výhodné využití kombinace více měřicích technik, a proto je proces charakteristiky ztížen nutností použití více samostatných měřicích zařízení, složitější manipulací se vzorky a obtížnou možností analýzy stejné oblasti na vzorku. Pomoc v tomto případě nabízí tzv. korelativní mikroskopie, která spojuje mikroskopii atomárních sil (AFM), rastrovací elektronovou mikroskopii (SEM) a případně další analytické techniky, a která může být rozšířena o techniky mapujícími magnetické domény a složitější uspořádání magnetizace.

Cíle diplomové práce:

- 1) Proved'te rešerši na téma magnetismu nízkodimenzionálních struktur a srovnajte mikroskopické techniky, které kombinují magnetické zobrazování s dalšími metodami.
- 2) Zobrazte doménové stěny či další uspořádání magnetizace pomocí mikroskopie magnetických sil (MFM) a demonstujte ovládání polohy doménové stěny (či jiné magnetické textury) pomocí externích impulsů.
- 3) Proved'te korelativní měření kombinující mikroskopii magnetických sil s elektronovou mikroskopií a měření demonstujte na vhodných vzorcích (magnetická nanovlákná, metamagnetické tenké vrstvy aj.).

Seznam doporučené literatury:

STAŇO, Michal, FRUCHART, Olivier. Magnetic Nanowires and Nanotubes. In E. Brück (ed.), Handbook of Magnetic Materials, vol. 27, pp. 155–267. Elsevier, 2018. ISBN 9780444641618. doi:10.1016/bs.hmm.2018.08.002.

VÁZQUEZ, Manuel. (ed.). Magnetic Nano- and Microwires: Design, Synthesis, Properties and Applications. Woodhead Publishing, 2nd edn., 2020, p. 997. ISBN 9780081028322.

HEGROVÁ, Veronika. Aplikace korelativní AFM/SEM mikroskopie. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2019.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2020/21

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Silný tlak na vývoj nových magnetických materiálů a jejich miniaturizaci, klade také důraz na vývoj nových analytických technik. Tato diplomová práce se zabývá vývojem a demonstrací korelované mikroskopie magnetických sil a elektronové mikroskopie, která je slibným nástrojem pro analýzu magnetických nanomateriálů. První část práce je věnována popisu fyzikálních základů mikromagnetismu se zaměřením na cylindrická nanovlákna. Na následujících stranách jsou popsány světelné, sondové, elektronové a synchrotronové metody pro mapování magnetických vlastností materiálů. V další části je popsán výzkum pohybu magnetických doménových stěn v cylindrických nanovlákních, který byl prováděn jako součást rozsáhlejší materiálové studie. Poslední část práce je věnována popisu vývoje korelované mikroskopie magnetických sil a elektronové mikroskopie na zařízení LiteScope. V rámci vývoje byl navržen a úspěšně otestován postup výroby magnetických sond. K výrobě sond bylo využito depozice indukované fokusovaným elektronovým svazkem a prekursoru $\text{Co}_2(\text{CO})_8$. V závěru práce je demonstrována vyvinutá technika na vícevrstevnatém Pt/Co vzorku, CoNi cylindrických nanovlákních, NiFe mikrostrukturách a FeRh metamagnetických nanoostrůvcích.

Summary

High pressure on the development of new magnetic materials and their miniaturization also emphasizes the development of new analytical techniques. This diploma thesis deals with the development and demonstration of correlated magnetic force and electron microscopy, which is a promising tool for the characterization of magnetic nanomaterials. The first part of this thesis describes the fundamental physics of micromagnetism with a focus on cylindrical nanofibers. The following pages describe optic, probe, electron, and synchrotron methods for mapping the magnetic properties of materials. The next part describes magnetic domain wall motion in cylindrical nanowires performed as a part of a more extensive material study. The last part of the thesis describes the development of correlated magnetic force and electron microscopy on LiteScope device. A production of magnetic probes was designed and successfully tested. Probes were fabricated by focused electron beam-induced deposition from the $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ precursor. Further, the developed correlated microscopy is demonstrated on a multilayer PtCo sample, magnetic cylindrical nanofibers, NiFe vortex structures, and FeRh metamagnetic nano-islands.

Klíčová slova

AFM, SEM, CPEM, LiteScope, korelativní mikroskopie, FEBID, magnetické sondy, magnetismus, nanovlákna, SPM, MFM, CoNi, FeRh, NiFe

Keywords

AFM, SEM, CPEM, LiteScope, correlative microscopy, FEBID, magnetic probes, magnetism, nanowires, CoNi, FeRh, NiFe

NOVOTNÝ, O. *Korelovaná sondová a elektronová mikroskopie pro studium moderních magnetických nanomateriálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2021. 88 s. Vedoucí Ing. Michal Pavera, Ph.D.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci na téma *Korelovaná sondová a elektronová mikroskopie pro studium moderních magnetických nanomateriálů* vypracoval sám s odborným vedením mého vedoucího Ing. Michala Pavery, Ph.D., a že veškerá použitá literatura je uvedena v seznamu citací.

Bc. Ondřej Novotný

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu Michalu Paverovi za vedení, trpělivost a nepočet cenných rad. Děkuji také celému kolektivu firmy NenoVision s.r.o, který mi poskytl prostředí a nástroje pro efektivní práci, a zejména pak Zdeňku Nováčkovi za odborné konzultace. Dále bych rád poděkoval členům skupiny *Nanomagnetismus a spintronika* na institutu CEITEC VUT Vojtěchu Uhlířovi a Michalu Staňovi za konzultace, rady a poskytnutí vzorků pro měření. Michalu Staňovi děkuji za provedení podrobné korektury.

V neposlední řadě tímto děkuji celému programu ERASMUS+ za umožnění pobytu v Grenoblu, Francii. Děkuji Olivieru Fruchartovi, jeho skupině a primárně Michaelu Schöbitzovi za jejich vedení v průběhu pobytu v Grenoblu, kde část této práce vznikla.

Děkuji Janu Hajdůčkovi za cenné rady a konstruktivní rozpravu ohledně mikromagnetizmu a TEM. Děkuji Petru Liškovi za společný čas během psaní, studiu i nepostradatelných pobytech nad pultem během celých pěti let na VUT. Nejvíce ze všech tímto děkuji celé mé rodině a přátelům za velkou podporu a pozitivní kritiku v průběhu celého mého života i veškerého studia.

Část této práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CzechNano-Lab (ID LM2018110, MŠMT, 2020–2022), CEITEC Vysoké učení technické v Brně.

Bc. Ondřej Novotný

Obsah

Úvod	3
1 Fyzikální pozadí a motivace	5
1.1 Úvod do magnetismu	5
1.1.1 Magnetické pole a magnetizace	5
1.1.2 Samouspořádání v magnetických materiálech	7
1.2 Magnetické doménové stěny	9
1.3 Magnetická cylindrická nanovlákna	11
1.3.1 Materiály pro přípravu nanovláken	11
1.3.2 Magnetické doménové stěny v cylindrických nanovlákních . . .	12
1.3.3 Studium mikromagnetismu cylindrických nanovláken	13
2 Experimentální techniky	17
2.1 Světelná a rentgenová mikroskopie	17
2.1.1 Magnetooptický Kerrův jev	17
2.1.2 Rentgenová magnetická cirkulární dichroická fotoemisní elektro- nová mikroskopie	18
2.2 Transmisní elektronová mikroskopie	19
2.2.1 Transmisní elektronová mikroskopie v Lorentzově režimu	19
2.3 Rastrovací elektronová mikroskopie	22
2.3.1 Rastrovací elektronová mikroskopie s polarizační analýzou . . .	24
2.4 Rastrovací sondová mikroskopie	25
2.4.1 Mikroskopie atomárních sil	25
2.4.2 Mikroskopie magnetických sil	26
2.5 Korelovaná sondová a elektronová mikroskopie	27
3 Charakterizace pohybu doménových stěn v magnetických cylindric- kých nanovlákních	29
3.1 Vzorky	29
3.2 Metodika experimentu	31
3.2.1 Zpracování dat	33
3.3 Experimenty s magnetickým polem	34
3.4 Experimenty s elektrickým proudem	37
4 Vývoj korelované magnetické silové a elektronové mikroskopie	41
4.1 LiteScope	41
4.2 Výroba sond	42
4.2.1 Depozice fokusovaným elektronovým svazkem	43
4.2.2 Depozice kobaltu	45
4.2.3 Test funkčnosti depoziční strategie	49

4.2.4	Samosnímací magneticky citlivé sondy	50
4.3	Variabilní zpětná vazba	59
4.4	Demonstrace korelované magnetické a elektronové mikroskopie	60
4.4.1	Pt/Co	61
4.4.2	Magnetická cylindrická nanovlákna	62
4.4.3	NiFe vortexové struktury	64
4.4.4	FeRh	66
5	Závěr	71
	Literatura	80
	Zkratky	81
A	Program ImageExport pro automatické zpracování měření	83
A.1	Lišta menu	84
A.2	Uživatelská oblast	84

Úvod

Celosvětová digitalizace přináší nové poznatky a zjednodušuje každodenní život. Rozmach digitalizace ale zároveň vyvíjí obrovský tlak na kapacitu a miniaturizaci elektronických datových úložišť. V posledních desetiletích je proto věnováno mnoho prostředků na výzkum nových magnetických materiálů, jejich miniaturizaci a vývoj analytických technik. Magnetická nanovlákna, nanočástice či antiiferomagnetické vrstvy jsou jen některými příklady vyvíjených moderních magnetických nanomateriálů. Tyto nanomateriály již při použití v laboratorních podmínkách prokázaly zrychlení nebo zhuštění zápisu dat oproti standardním materiálům. Právě magnetická cylindrická nanovlákna jsou použita jako vzorový příklad magnetických nanomateriálů v této diplomové práci.

Cílem této diplomové práce je seznámit čtenáře s problematikou experimentálního zkoumání magnetických nanomateriálů a demonstrovat nové možnosti, které přináší korelovaná mikroskopie magnetických sil a elektronová mikroskopie.

V první kapitole je na magnetických cylindrických nanovlákních popsán úvod do fyziky mikromagnetismu. V druhé kapitole jsou vysvětleny stěžejní experimentální techniky používané pro charakteristiku nanostruktur, včetně principu korelativního měření. Třetí kapitola obsahuje popis výzkumu provedeného v oboru cylindrických magnetických nanovláken. V rámci popisu byly ve třetí kapitole demonstrovány možnosti a limity standardně používaných experimentálních metod. Poslední, čtvrtá, kapitola je věnována popisu použitého mikroskopu a práce na vývoji korelované mikroskopie magnetických sil a elektronové mikroskopie. Vývoj probíhal ve spolupráci s brněnskou firmou NenoVision na jejich korelativním mikroskopu LiteScope™. Během vývoje byla, kromě jiného, řešena nedostupnost magnetických samosnímacích sond, které bylo nutné navrhnout a vyrobit. Funkčnost korelativní mikroskopie magnetických sil a elektronové mikroskopie je demonstrována na řadě magnetických nanomateriálů.

1. Fyzikální pozadí a motivace

Tato kapitola popisuje základní fyzikální podstatu magnetismu se zaměřením na mikromagnetismus feromagnetických struktur. V kapitole je kladen důraz na aktuálně řešené problémy v oblasti mikromagnetismu, které jsou také diskutovány v pozdějších pasážích této práce.

1.1 Úvod do magnetismu

Pro popis mikromagnetismu v magnetických nanomateriálech je nutné nejprve shrnout základy magnetismu. V rámci základů je zde řešeno propojení magnetického pole s elektrickým proudem (elektromagnetismus), vznik magnetismu v materiálech a jejich dělení.

1.1.1 Magnetické pole a magnetizace

Teorie elektromagnetismu vychází ze čtyř Maxwellových rovnic. V případě stacionárních jevů nám pro popis základů magnetismu stačí dvě z nich. Diferenciální tvar těchto rovnic ve vakuu je:

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{j}, \quad (1.1)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (1.2)$$

kde \mathbf{B} je magnetická indukce, \mathbf{j} je objemová hustota elektrického proudu a μ_0 je permeabilita vakua. Na základě těchto rovnic bylo fyzikálně popsáno první experimentálně pozorované spojení magnetismu a elektřiny - Oerstedova indukce [1]. Oerstedova indukce popisuje magnetické pole B_θ ve vzdálenosti r od nekonečně dlouhého vodiče, jímž prochází celkový elektrický proud I

$$B_\theta(r) = \frac{\mu_0 I}{2\pi r}. \quad (1.3)$$

V materiálech jsou magnetické vlastnosti definovány pomocí objemové hustoty magnetických momentů – magnetizace $\mathbf{M}(\mathbf{r})$. Celkové magnetické pole uvnitř materiálu je nazýváno magnetická indukce \mathbf{B} , která je výsledkem kombinace vnějšího pole \mathbf{H} a vnitřní magnetizace \mathbf{M} :

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}). \quad (1.4)$$

Magnetické materiály jsou děleny na diamagnetické, paramagnetické, feromagnetické, ferimagnetické a antiferomagnetické. Diamagnetismus je vždy přítomen ve všech materiálech a pramení z kombinace vlastních magnetických spinových momentů elektronů a magnetických orbitálních momentů spojených s energetickou hladinou, na níž se každý elektron nachází. Paramagnetismus se, oproti diamagnetismu, projevuje jen u některých prvků, molekul či slitin. Paramagnetismus vzniká z nevykompenzovaných magnetických momentů nespárovaných elektronů jednotlivých atomů. Feromagnetika, ferimagnetika a antiferomagnetika vznikají vlivem samouspořádání nenulových magnetických momentů atomů materiálu. Původ a rozdíly v samouspořádání je popsán v následující části 1.1.2.

Uvedené magnetické materiály lze identifikovat makroskopicky podle jejich magnetizace v závislosti na vnějším poli:

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H}, \quad (1.5)$$

χ je magnetická susceptibilita a \mathbf{H} je aplikované magnetické pole. V nenulovém poli lze magnetizaci pozorovat ve všech materiálech. Velikost vzniklé magnetizace závisí právě na χ , která je pro jednotlivé magnetické materiály specifická.

Hodnota χ je pro diamagnetismus odlišná pro každý materiál, tepelně nezávislá, ale vždy $\chi < 0$. Oproti diamagnetismu se rozlišují dva typy paramagnetik, které se projevují jen u některých prvků, molekul či slitin. Paramagnetika mají vždy $\chi > 0$. Curieův paramagnetismus má χ závislou na T^{-1} a pochází z lokálních magnetických momentů jednotlivých atomů. V kovech se projevuje i výrazně slabší Pauliho paramagnetismus. Ten má původ ve spinově nevykompenzovaném elektronovém plynu poblíž Fermiho meze a χ je závislá jen na materiálu, ne na teplotě.

Feromagnetika mají $\chi \gg 0$ závislou na T^{-1} . U antiferomagnetik jsou magnetické momenty v materiálu rovnoběžné a je nutné rozlišovat χ pro rovnoběžné $\chi_{\parallel} = 0$ a kolmé $\chi_{\perp} \neq 0$ působení pole. Podobně i ferimagnetika rozlišují hodnoty pro různé směry $\chi_{\perp} \neq \chi_{\parallel}$ které jsou závislé na T^{-1} , ale s rozdílem $\chi_{\parallel} \neq 0$. V obou posledních případech jsou χ závislé na T^{-1} . Feromagnety a ferimagnety existují pouze pod Curieovu teplotu T_C , nad kterou materiály ztrácí svoje magnetické vlastnosti. Antiferomagnety jsou formovány pouze pod Néelovou teplotou T_N [2].

Záznam magnetizace \mathbf{M} v závislosti na vnějším magnetickém poli \mathbf{H} je *křivka magnetizace*. Průběh křivky magnetizace je kvůli odlišným χ specifický pro jednotlivé typy magnetických materiálů, které tak můžeme rozeznat.

Diamagnetika a paramagnetika mají bez přítomnosti magnetického pole nulovou magnetizaci. Na magnetické pole mají lineární odezvu a měřená křivka je tedy přímka protínající nulu se záporným (diamagnetika) nebo kladným (paramagnetika) sklonem. Antiferomagnetika mají také nulovou magnetizaci bez přítomnosti magnetického pole. V případě aplikace slabého magnetického pole je magnetizace stále nulová. Při aplikování silného magnetického pole kolmo dojde k postupnému vzniku magnetizace. Při aplikaci silného magnetického pole rovnoběžně s magnetizací může dojít ke skokové magnetizaci materiálu. Feromagnetika a ferimagnetika mají mimo magnetické pole přinejmenším lokálně nenulovou magnetizaci. Jejich odezva na magnetické pole je neline-

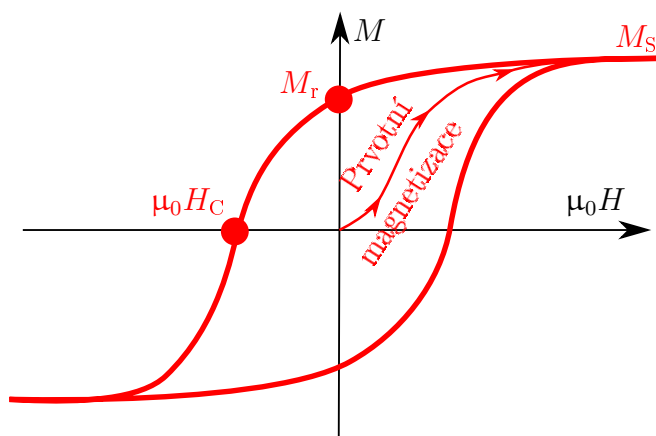
ární a křivka magnetizace vykazuje hysterézi [1, 2].

Křivka magnetizace s hysterézním tvarem je zjednodušeně nazývána *hysterézní smyčka* a používá se primárně jako nástroj k charakterizaci feromagnetických materiálů (obrázek 1.1). U dříve nemagnetizovaných (panenských) materiálů smyčka začíná křivkou prvotní magnetizace a poté pokračuje cyklicky po hysterézní smyčce. Na hysterézní smyčce jsou primárně identifikovány tři charakteristické body.

Koercivní pole H_C je hodnota externího magnetického pole v momentě nulové magnetizace materiálu (smyčka protíná osu x)¹.

Magnetická saturace M_S je maximální hodnota magnetizace. M_S odpovídá stavu celkového zarovnání magnetických momentů uvnitř materiálu ve směru vnějšího pole.

Remanentní magnetizace M_r je hodnota magnetizace materiálu při nulovém vnějším poli (smyčka prochází osou y). Její hodnota souvisí s intenzitou magnetického pole nacházejícího se kolem magnetických objektů (např. okolo permanentních magnetů) [1, 3, 4].



Obrázek 1.1: Hysterézní smyčka se zvýrazněnými charakteristickými body: koercivní pole H_C , magnetická saturace M_S a remanentní magnetizace M_r .

1.1.2 Samouspořádání v magnetických materiálech

Samouspořádání magnetických momentů feromagnetik, antiferomagnetik a ferimagnetik závisí na celkové energetické výhodnosti daného uspořádání. Celková magnetická energie materiálu je základním tématem teorie mikromagnetismu, ve kterém je řešena struktura magnetizace materiálu ve formě kontinuálního vektorového pole. Příspěvky celkové magnetické energie jsou řešeny ve formě (objemové) hustoty výměnné energie, Zeemanovy energie, dipolární energie a magnetokrystalické anizotropní energie [1, 3, 5]. Oproti standardnímu kontinuálnímu přístupu v mikromagnetismu je pro lepší pochopení vhodné popsat výměnnou energii na diskrétní Heisenbergově formě. Heisenbergova

¹ V české literatuře je možné se setkat i s názvem donucovací pole, či donucovací síla.

forma výměnné energie vychází ze vzájemné interakce blízkých elektronů se spinem \mathbf{S} spojených směnným koeficientem F_{ij} :

$$E_{ij} = -F_{ij}\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j. \quad (1.6)$$

Směnný koeficient F_{ij} je ve feromagnetech pozitivní, přičemž v antiferomagnetech a ferimagnetech je záporný. Pozitivní směnný koeficient u feromagnetik značí upřednostnění paralelního zarovnání magnetických momentů, což má za následek vznik tzv. *spontánní magnetizace*. Antiferomagnetika a ferimagnetika mají $F_{ij} < 0$, což znamená, že sousední magnetické momenty v materiálu se orientují v opačném směru. U antiferomagnetik tato vzájemná orientace vede k dokonalému vzájemnému vyrušení a tím k nulové magnetizaci. Ferimagnetika mají oproti antiferomagnetům různě velké sousední magnetické momenty. Při naorientování sousedních magnetických momentů proti sobě tak nedojde k vzájemnému vyrušení. Ferimagnetika tak mají nenulovou spontánní magnetizaci.

Diskrétní forma výměnné energie je názorná, ale s kontinuálním přístupem mikromagnetismu se neslučuje. V něm je popisována objemová hustota výměnné energie E_{ex} pomocí jednotkového vektorového pole distribuce magnetizace $\mathbf{m}(\mathbf{r})$ a tuhosti výměny (*exchange stiffness*) A :

$$E_{\text{ex}} = A(\nabla\mathbf{m})^2. \quad (1.7)$$

Tuhost výměny A v rovnici (1.7) je spojena se směnným koeficientem F_{ij} z rovnice (1.6) dle $A \approx (F_{ij}S^2/2a)$, kde a je vzdálenost mezi sousedními atomy.

Zeemanova energie (1.8) pochází ze vzájemné interakce magnetizace a vnějšího magnetického pole. Velikost objemové hustoty energie E_Z závisí na orientaci a velikosti magnetizace \mathbf{M} vůči externímu magnetickému poli \mathbf{H} :

$$E_Z = -\mu_0\mathbf{M} \cdot \mathbf{H}. \quad (1.8)$$

Pro minimalizaci E_Z dochází v maximální možné míře k zarovnání magnetizace ve směru \mathbf{H} . Stáčení magnetizace do směru externího pole se nazývá (de)magnetizační proces (*magnetical reversal*) [6].

Objemová hustota dipolární (magnetostatické) energie E_d (1.9) má původ v interakci jednotlivých magnetických momentů v materiálu s dipolárním polem \mathbf{H}_d vzniklého z kombinace ostatních magnetických momentů v materiálu:

$$E_d = -\frac{1}{2}\mu_0\mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_d. \quad (1.9)$$

Koeficient $1/2$ na pravé straně (1.9) je nutný, aby v celém materiálu nedošlo k započítání vzájemné energie dvou interakčních momentů dvakrát. Důsledkem minimalizace dipolární energie je uzavírání magnetického pole v objemu materiálu.

Primárně u menších objektů se do samouspořádávání přidává vliv magnetokrysta-

lické anizotropní energie (MAE)². Objemová hustota MAE je

$$E_{\text{mc}} = Kf(\theta, \phi), \quad (1.10)$$

kde K je anizotropní konstanta a f je bezrozměrná funkce. MAE vychází ze spin-orbitálních interakcí (*spin-orbital coupling*) a interakce elektronových obalů s atomární mřížkou materiálu (*crystal-field interaction*). MAE je zodpovědná za samočinné vyrovnání magnetizace podél určité osy krystalické mřížky materiálu feromagnetického materiálu. Osa materiálu, ve které je preferovaná magnetizace, se nazývá snadná osa (*easy-axis*). Nepreferovaná osa materiálu se nazývá těžká osa (*hard-axis*).

Směr snadné osy materiálu závisí kromě MAE na dipolární energii. Když má materiál vysokou magnetickou anizotropii (anizotropní konstantou) K převládá vliv MAE. Takové materiály se nazývají magneticky tvrdé a mají snadnou osu orientovanou podle krystalografického uspořádání. Materiály s nízkou hodnotou K se označují jako magneticky měkké a převládá u nich vliv dipolární energie. Ta způsobuje vytvoření snadné osy ve směru nejdelší dimenze magnetického objektu.

Výsledkem složité rovnováhy mezi uvedenými energiemi je uspořádání magnetizace \mathbf{M} v materiálech, která je zejména ve 3D materiálech většinou neuniformní v celém objektu. Celková magnetizace je v magnetických objektech součtem přirozeně vzniklých menších ohraničených oblastí s uniformní magnetizací - *magnetických domén*. Magnetické domény mohou být výsledkem buď minimalizace vnitřní magnetické energie, nebo působením vnějších vlivů zanechávajících metastabilní magnetický stav. Hranice mezi magnetickými doménami, kde dochází ke změně orientace magnetizace mezi sousedními doménami, se nazývají *doménové stěny* (*Domain Wall* – DW) [1–5].

1.2 Magnetické doménové stěny

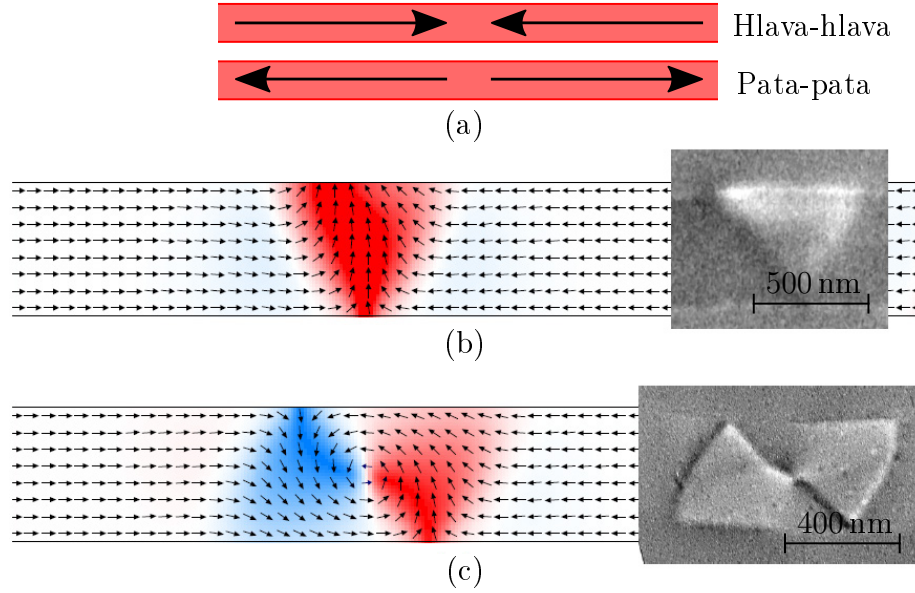
Ve většině magnetických systémů neprobíhá magnetizační proces hromadnou rotací magnetických momentů v celém objektu [7]. Místo toho dochází k lokálnímu přetáčení magnetických momentů podle aktuální energetické výhodnosti. Při demagnetizaci tak dochází buď k nukleaci (vytvoření) malých magnetických domén, následovaný jejich růstem prostřednictvím pohybu DW nebo dochází k růstu již existujících domén. Z důvodu zjednodušení popisu DW a jejich pohybu, je vynechán popis 3D a 2D objektů a jsou popsány pouze relativně jednodušší 1D objekty.

Za poslední dvě desetiletí byla publikována řada studií o tenkých magnetických páscech vyrobených pomocí přímé depozice či litografických metod [8–13]. V případě měkkých magnetických materiálů je snadná osa ztotožněna s podélnou osou pásce. Magnetizace domén tak leží pouze v této jedné ose. Vzájemná orientace vzniklých magnetických domén může být buď hlava-hlava (*head-to-head*), nebo pata-pata (*tail-to-tail*) (obrázek 1.2a). Mezi doménami uvnitř pásce existují dva hlavní typy DW – transversální stěna (*Transverse Wall* – TW) (obrázek 1.2b) a vírová stěna (*Vortex*

²V komplexnějších systémech je vhodné zahrnout i sesterskou magnetoelastickou anizotropickou energii. Ta je spojena se změnou preferovaného směru magnetizace vlivem silového působení na magnetický materiál (deformace).

Wall – VW) (obrázek 1.2c).

Základním stavem magnetických pásů a ostatních homogenních 1D objektů je uniformní magnetizace objektu. Pro experimentální pozorování chování DW je tedy nutné vytvořit metastabilní stav nukleací většího počtu domén v objektu. Nukleace nových magnetických domén (tedy tvorba DW) může být provedeno tepelným ohřevem [14], spinově polarizovaným proudem [15], nebo oscilujícím magnetickým polem ve směru těžké osy objektu. Šířka vzniklých DW je poté přibližně srovnatelná se šířkou 1D struktury (viz obrázek 1.2).



Obrázek 1.2: (a) Schéma magnetického pásu se dvěma magnetickými doménami orientovanými hlava-hlava nebo pata-pata. Simulace (s barevně zvýrazněnou transversalitou magnetických momentů) a MFM obraz TW (b) a VW (c). Převzato a upraveno z [1].

Pohyb DW v materiálu probíhá postupným stáčením magnetických momentů v jejím okolí. Uvažujme, že velikost magnetických momentů je neměnná a k jejich stáčení dochází pomalu. Změnu směru magnetických momentů v čase pak lze popsat tzv. vyřešenou formou Landauovy-Lifshitzovy-Gilbertovy (LLG) rovnice:

$$\dot{\mathbf{m}} = -\frac{\gamma_0}{1+\alpha^2}\mathbf{m}\times\mathbf{H}_{\text{eff}} - \frac{\alpha\gamma_0}{1+\alpha^2}\mathbf{m}\times(\mathbf{m}\times\mathbf{H}_{\text{eff}}) - \frac{1+\alpha\beta}{1+\alpha^2}(\mathbf{u}\cdot\nabla)\mathbf{m} + \frac{\beta-\alpha}{1+\alpha^2}\mathbf{m}\times[(\mathbf{u}\cdot\nabla)\mathbf{m}], \quad (1.11)$$

kde $\alpha \ll 1$ je tlumicí parametr, $\beta \ll 1$ je neadiabatický koeficient a \mathbf{H}_{eff} je celkové efektivní pole (externí i vnitřní). Druhý tlumicí parametr v rovnici (1.11) je $\gamma_0 = \mu_0|\gamma|$, kde $\gamma = ge/2m$ je gyromagnetický poměr, který spojuje náboj e a hmotnost nosiče m přes Landého faktor g . \mathbf{u} je rychlost spojená se spinově polarizovaným proudem

$$\mathbf{u} = P \frac{J\mu_B}{eM_S}\hat{\mathbf{i}}, \quad (1.12)$$

kde μ_B je Bohrov magneton, M_S je spontánní magnetizace a $\hat{\mathbf{i}}$ je jednotkový vektor ve směru proudu. Rychlost \mathbf{u} je také spojena se spin-polarizačním poměrem proudu P a velikostí proudu $J = en_e v_d$, kde e je náboj elektronu, n_e objemová hustota elektronů

a v_d jejich driftová rychlost.

První $(-\frac{\gamma_0}{1+\alpha^2}\mathbf{m} \times \mathbf{H}_{\text{eff}})$ a třetí $(-\frac{1+\alpha\beta}{1+\alpha^2}(\mathbf{u} \cdot \nabla)\mathbf{m})$ člen rovnice (1.11) popisuje popořadě precesní pohyb magnetizace kolem směru \mathbf{H}_{eff} , nebo \mathbf{u} . Druhý $[-\frac{\alpha\gamma_0}{1+\alpha^2}\mathbf{m} \times (\mathbf{m} \times \mathbf{H}_{\text{eff}})]$ a čtvrtý $\{\frac{\beta-\alpha}{1+\alpha^2}\mathbf{m} \times [(\mathbf{u} \cdot \nabla)\mathbf{m}]\}$ člen vyjadřuje dopředný tlumený pohyb způsobený buďto magnetickým polem nebo spinově polarizovaným proudem. Z důvodu $\alpha \ll 1$ a $\beta \ll 1$ je příspěvek tlumení rychlosti pohybu výrazně menší, než vznikají precesní pohyb DW. Tato skutečnost se projevuje například ve vyšších rychlostech DW. Než se při vyšších rychlostech výrazně projeví tlumení dopředného pohybu dochází vlivem precesních členů k nestabilitě struktury DW, což v krajním případě vede k *Walkerovu rozpadu* (*Walker break-down*). [16, 17]

1.3 Magnetická cylindrická nanovlákná

Magnetická cylindrická nanovlákná (*Nanowire* – NW) jsou 1D magnetickým systémem s válcovou symetrií, která výrazně ovlivňuje jejich mikromagnetismus. NW jsou často zmiňovány jako vhodný kandidát pro zlepšení ukládání magnetických dat [18–20], tvorbu logických zařízení [21], biomedicínské aplikace [22–24], či jako součást citlivých vědeckých detektorů [25]. NW jsou rozsáhle zkoumány již více než tři desetiletí, kdy se postupně přeshlo od zkoumání objemových vlastností, ke zkoumání fyziky jednotlivých struktur [4, 26]. Způsoby a možnosti charakterizace NW jsou kromě dostupných technik závislé na způsobu výroby NW.

NW lze jednotlivě vyrábět pomocí indukované depozice fokusovaným elektronovým svazkem (*Focused Electron Beam Induced Deposition* – FEBID), která umožňuje přesnou lokalizaci i kontrolu růstu NW [27, 28]. Nevýhodou je nemožnost masovější výroby NW. Efektivnější možností je hromadná příprava NW pomocí takzvaných šablon [29, 30, 30], které byly také použity pro tvorbu NW měřených v této práci [3].

Šablony jsou materiály s hustou distribucí orientovaných pilířů nebo porézní materiály jako je eloxovaný hliník, slída nebo iontově leptané polymery. Depozice magnetického materiálu (výplň pro póry, povlak pro pilíře) může být dosažena více technikami. Velmi často se využívá galvanického pokovování (*electroplating*). Při galvanickém pokovování dochází vlivem elektrického napětí k ulpívání uvolněných kationtů z okolního roztoku na katodu. Při použití galvanického pokovování lze průměr, složení, rychlost růstu, krystalinitu a délku konečného NW řídit napětím, nebo proudem, složením roztoku a jeho pH [29].

1.3.1 Materiály pro přípravu nanovláken

Výroba magnetických NW je velice často spojena s použitím čistých magnetických prvků Co, Ni a Fe nebo jejich slitin. Široce používanými magnetickými materiály jsou dvě magneticky měkké slitiny: permalloye³ ($\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$) vyvinuté v Bell Telephone Laboratories [31] a $\text{Co}_x\text{Ni}_{100-x}$. Další používané prvky jsou Au, Ti pro kontaktování NW,

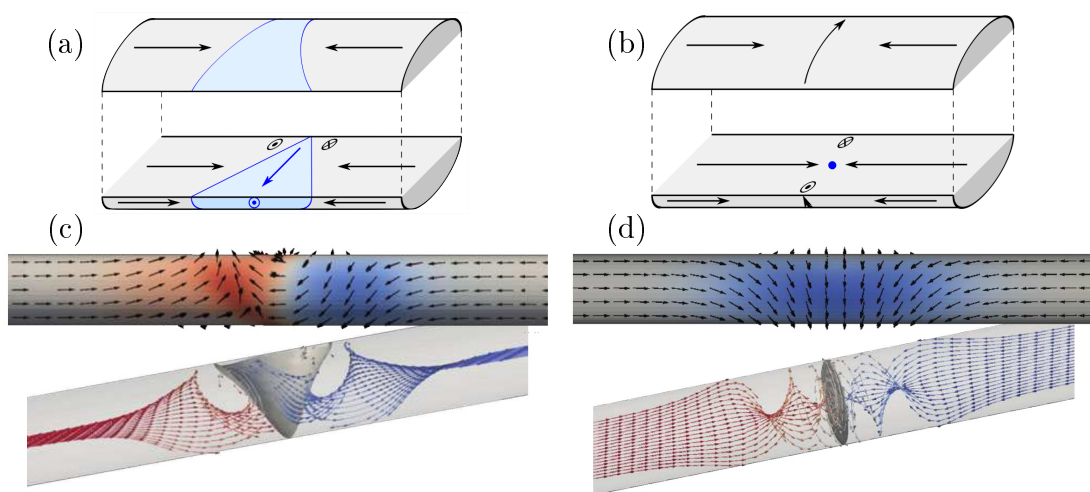
³V textech o permalloyích je používán název „X-permalloy“ nebo „X permalloy“, kde X je procento niklu ve slitině. Název Permalloy (Py) označuje původně vyvinutý materiál se složením $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$.

Cu pro vytváření vícevrstvých NW [12, 13], Pt a Cr pro změnu vlastností magnetických slitin, nebo SiO₂, Al₂O₃ a C pro vytváření chemicky a elektricky izolačních vrstev.

Použitý materiál má přímý dopad na magnetické vlastnosti, jako je koercivní pole H_C , nebo spontánní magnetizace M_S . Magnetické chování však nezávisí jen na složení použitého materiálu, ale také na krystalinitě, homogenitě a rozměrech NW.

1.3.2 Magnetické doménové stěny v cylindrických nanovláčkách

U magneticky měkkých NW leží magnetická snadná osa podél osy NW, stejně jako v dříve uvedeném magnetickém pásu. Válcová symetrie NW, má však vliv na odlišnou tvorbu magnetických domén, doménových stěn a jejich strukturu.



Obrázek 1.3: Schéma (a,b) a povrchová mikromagnetická simulace (c,d) magnetických konfigurací TVW (a,c) a BPW (b,d) v NW. Převzato a upraveno z [32].

Ve většině případů jsou magnetické domény v NW orientovány přímo podél snadné osy s možnou orientací hlava-hlava nebo pata-pata. Ve složitější situaci je třeba zvážit možnou přítomnost azimutální nebo radiální magnetizace domén [33]. V NW byly na základě výpočtů a simulací předpovězeny dvě hlavní možné konfigurace DW: transversálně-vířivá stěna (*Transverse-Vortex Wall* – TVW) a stěna s Blochovým bodem (*Bloch-Point Wall* – BPW) (obrázek 1.3). Blochův bod je magnetická singularita (jediná predikovaná v mikromagnetismu a jím tvořený střed BPW tak nemá žádný směr magnetizace).

U velmi malých průměrů, obvykle menších než (10–20) nm, se očekává vznik pouze TVW, a to kvůli energetické výhodnosti uspořádání oproti BPW. U větších průměrů NW mohou existovat obě stěny. Protože BPW má, díky energetické účinnosti uzavřené magnetizace, nižší energii, lze předpokládat častější výskyt BPW, či případnou přeměnu TVW v BPW [34, 35].

U TVW, stejně jako u doménové stěny v plochých pásech, dochází vlivem precesního pohybu při vyšších rychlostech k Walkerovu rozpadu. BPW v NW se však díky své kruhové magnetické struktuře mohou šířit rychlostí vyšší než TVW a zůstat stabilní. Rozpad TVW může vést ke zničení stěny, jejímu výraznému zpomalení a znovu utvoření původní struktury nebo k transformaci magnetické struktury z TVW na BPW.

Naopak transformace BPW na TVW se zdá být problematická a podle některých studií i nemožná [16, 17, 30, 36, 37]

Oba typy doménové stěny v NW byly v posledním desetiletí experimentálně pozorovány, přičemž skupina Oliviera Frucharta, pod kterou byla část této diplomové práce vypracována, je průkopníkem v experimentálním průkazu BPW [32].

1.3.3 Studium mikromagnetismu cylindrických nanovláken

V posledním desetiletí umožnilo použití pokročilých mikromagnetických mikroskopických technik (kapitola 2) a složitých analytických a numerických počítačových výpočtů rozvinout experimentální výzkum jednovláknové fyziky. Podstatná část dnešního výzkumu je věnována studiu struktury magnetických domén NW, lokalizované nukleaci DW, cílenému umístění DW, síle odepínacího/připínacího pole (*de/pinning field strength*), nebo rychlosti DW a Walkerovým rozpadem [1, 3, 4].

Struktura magnetické domény

Bylo zjištěno, že koncept existence domény striktně podél osy NW není případem všech cylindrických NW. Simulacemi a experimenty bylo prokázáno, že domény mohou mít radiální složku magnetizace [38] a mohou tvořit azimutální domény nebo složitější eliptické nebo spirálové domény [39]. O přesných důvodech vzniku, této na první pohled energeticky nevýhodné konfigurace, se stále diskutuje. Prozatím se důvodem zdá být přítomnost nehomogenit v NW ovlivňující dipolární energii, či magnetokrystalickou a magnetoelastickou anizotropii.

Lokalizovaná nukleace doménových stěn

Dříve zmíněné způsoby nukleace domén (kapitola 1.2) v NW mají omezení při ukládání dat. Během klasických metod nukleace, probíhá nukleační proces v celém NW, což může eliminovat nebo významně přesunout již existující domény v NW. Tímto způsobem v případě psaní (ve smyslu digitálního zápisu pomocí magneticky tvořených bitů) na NW ztrácíme předchozí informace. To lze překonat lokálně indukovanými magnetickými doménami. Lokalizovanou nukleaci lze provést pomocí vytvoření mikroskopických sendvičů nemagnetických těžkých kovů, feromagnetického materiálu a izolátoru, jejichž složení ve výsledku vykazuje vysokou anizotropii. Tímto způsobem je vytvořena mikroskopická lokální elektromagnetická cívka v jejímž okolí je vysokou anizotropií zjednodušena lokální tvorba DW [15].

Cílená lokalizace doménových stěn

Dalším z požadavků v zařízeních pro ukládání a čtení dat je přesné umístění DW v konkrétních oblastech NW. To lze provést vytvořením připínacích oblastí (*pinning site*) ve formě např. modulace průměru NW [40], nebo tvorbou energetické bariéry z jiného materiálu (chemická modulace) [41]. Podstata samotného připínání však stále není úplně jasná. Popis procesu je stále limitován možnostmi aktuálně dostupných experimentál-

ních technik. V dosavadních studiích je připínání spojováno s hranicí krystalových zrn, či lokální materiálovou a tvarovou nehomogenitou [40, 41].

Síla odepínacího (připínacího) pole

U paměťových zařízení je jedním z důležitých aspektů energetická účinnost. U zařízeních postavených na pohybu doménových stěn, je účinnost spojena s takzvaným průměrným odepínacím (připínacím) polem. Odepínací pole je hodnota vnějšího magnetického pole potřebná k uvolnění DW z připínací oblasti (lokálního energetického minima). U plochých pásů vyrobených z měkkého magnetického materiálu bylo prokázáno, že odepínací pole může být nízké až 0,1 mT a u NW je v rozmezí jednotek až několika desítek mT [42]. Ideální magnetické vlákno má stejné připínací pole pro všechny DW (prahová hodnota pro přepis paměti), přičemž toto pole je ideálně co nejnižší (z důvodu nízké spotřeby energie) [29, 42].

Rychlost doménových stěn a Walkerův rozpad

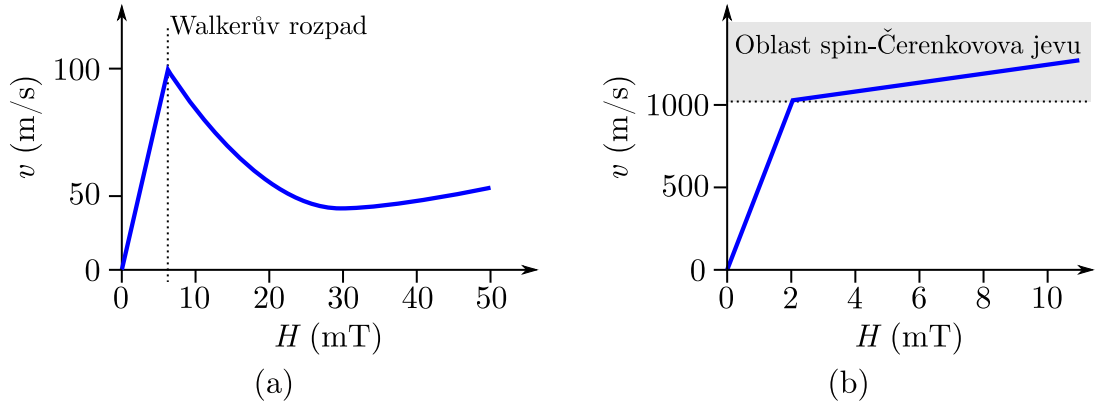
Pohyb DW může být řízen externím magnetickým polem nebo elektrickým proudem a je popsán rovnicí (1.11). Většina publikovaných prací zabývajících se pohybem DW je ale zaměřena primárně na řízení pohybu elektrickým proudem. Zaměření na elektrický proud má dva důvody. V případném praktickém použití lze, oproti magnetickému poli, lépe směřovat působení proudu na jednotlivá vlákna. Při použití elektrického proudu je také velice dobře kontrolovatelná doba a amplituda aplikovaných pulzů. Poměrně snadno je možné posílat velice dobře definované impulzy s trváním v řádu ns.

U pohybu DW v NW musíme rozlišovat pohyb TVW a BPW, kdy jejich vnitřní magnetické struktury hrají významnou roli v samotném pohybu DW. Při nižších rychlostech DW (budících prouděch) je pohyb obou DW dle rovnic (1.11) a (1.12) lineárně závislý na hustotě budícího proudu j protékajícího NW. Při vyšších rychlostech (nižší stovky m/s) už narazíme na výrazný rozdíl, protože u TVW, stejně jako u DW v magnetických pásech, dojde k Walkerovu rozpadu či transformaci TVW na BPW (obrázek 1.4) [17].

Protože BPW nejsou ovlivněny Walkerovým rozpadem, jsou schopné se i nad limit platný pro TVW šířit, ovšem s postupnými ztrátami vyplývajícími z tepelných ztrát (Joulovo teplo [44]) a tlumících členů v rovnici (1.11). Zaznamenané rychlosti šíření v prostých magnetických válcových NW dosahovaly hodnot přesahujících 600 m/s [30].

Teoretické modely ukázaly [43], že při rychlostech nad ~ 1000 m/s jsou DW zpomalovány takzvaným spin-Čerenkovovým jevem. Při něm dochází k uvolňování spinových vln šířících se proti směru šíření DW. Brždění pohybu lze pak chápat jako vzájemnou interakci mezi spinovou vlnou a pohybující se DW. Druhý pohled na spin-Čerenkovův jev vyplývá z odebrání hybnosti spinovými vlnami, které se šíří v opačném směru. Na rozdíl od Walkerova rozpadu, není pokles v důsledku spin-Čerenkovova jevu tak markantní [16, 30].

Související oblastí výzkumu je také účinek indukovaného Oerstedova pole na strukturu BPW. Kruhová struktura magnetizace BPW při vyšších rychlostech může být stabilizována interakcí s indukovaným polem stejné cirkulární polarizace. Na druhou stranu tato interakce může také vést ke změně polarizace BPW, jestliže má Oerstedovo



Obrázek 1.4: Mikromagnetická simulace průběhu rychlosti pohybu DW v závislosti na aplikovaném magnetickém poli. (a) Uvnitř $(200 \times 20) \text{ nm}^2$ Py pásku před a po Walkerově rozpadu. (b) Uvnitř magnetické nanotrubičky s regionem působení spin-Čerenkova jevu od $\sim 1000 \text{ m/s}$. DW magnetické nanotrubičky je srovnatelná stabilitou s BPW díky shodné kruhovitě magnetické struktuře. Převzato a upraveno z [11, 43].

pole polarizaci v protisměru [30]. Experimentální studie interakce BPW a Oerstedova pole je však velmi náročná a vyžaduje jistou dávku vynalézavosti a špičkové vybavení. Podobně náročným je již uvedená transformace $\text{TVW} \rightarrow \text{BPW}$. Studium transformace $\text{TVW} \rightarrow \text{BPW}$ vyžaduje magnetickou techniku s vysokým laterálním rozlišením a časovým rozlišením. Alespoň částečně dostatečné časové a laterální rozlišení je dnes stále na okraji technických možností [17, 30, 37].

2. Experimentální techniky

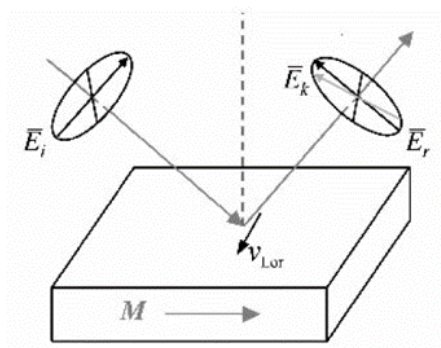
Tato kapitola obsahuje popis principů, převážně magnetických, technik využívaných pro charakterizaci moderních nanomateriálů. V kapitole je kladen důraz na bližší popis technik rastrovací elektronové mikroskopie (*Scanning Electron Microscopy* – SEM), mikroskopie magnetických sil (*Magnetic Force Microscopy* – MFM) a korelované sondové a elektronové mikroskopie (*Correlated Probe and Electron Microscopy* – CPEM), které byly využity v rámci této práce.

2.1 Světelná a rentgenová mikroskopie

Světelná a rentgenová mikroskopie jsou běžné používané nástroje pro analýzu magnetických materiálů. Světelná magnetická mikroskopie využívá stáčení polarizace elektromagnetického záření ve viditelném spektru vlivem magnetizace materiálu. U rentgenové mikroskopie se využívá rozdílné absorpce rentgenového záření z důvodu interakce s magnetizací v objemu materiálu. Jako laditelný zdroj rentgenového záření je využíváno synchrotronového zařízení. [45]

2.1.1 Magnetooptický Kerrův jev

Magnetooptický jev je stáčení polarizace světla vlivem interakce elektrického pole světla a magnetizace vzorku. Dochází-li ke změně polarizace světla při odrazu na magnetickém



Obrázek 2.1: Schéma MOKE. Na povrch vzorku dopadá polarizované světlo jehož polarizace je změněna kvůli magnetizaci vzorku v místě dopadu. Odražené světlo tak v polarizaci odnáší informaci o magnetizaci vzorku [45].

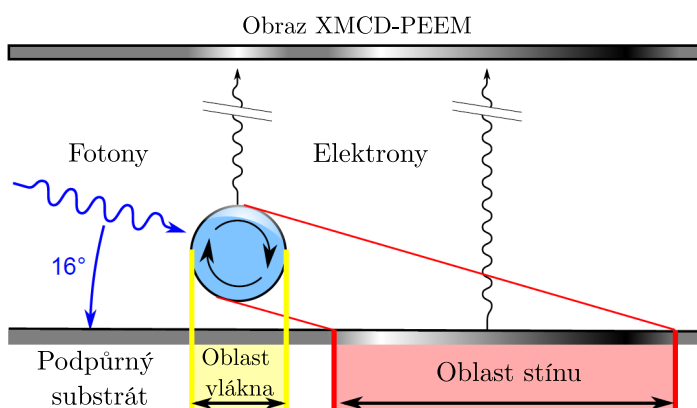
materiálu jedná se o magnetooptický Kerrův jev (MOKE) (obrázek 2.1). Při dopadu

lineárně polarizovaného světla na magnetický materiál, dochází k jeho eliptické polarizaci úměrné magnetizaci v místě dopadu. Ze změny polarizace je možné kvantitativně vyčíslit úroveň a orientaci magnetizace v konkrétní oblasti vzorku. MOKE je využíván pro měření stáčení magnetizace vlivem externího působení (MOKE magnetometrie), nebo pro mapování magnetizace na povrchu vzorku (MOKE mikroskopie) [46].

Výhodou pro některé magnetické studie je možnost časově rozlišitelného měření s rozlišením v jednotkách ps [45]. Nevýhodou pro studium moderních magnetických nanostruktur je laterální rozlišení techniky v řádu stovek nm, kvůli difrakčnímu limitu světla. Techniky založené na MOKE jsou tak ideální pro měření větších oblastí s plochou μm^2 až mm^2 [46].

2.1.2 Rentgenová magnetická cirkulární dichroická fotoemisní elektronová mikroskopie

Běžně využívanou magnetickou rentgenovou mikroskopií je rentgenová magnetická cirkulární dichroická fotoemisní elektronová mikroskopie (*X-ray Magnetic Circular Dichroism Photoemission Electron Microscopy* – XMCD-PEEM), která patří do skupiny prozařovacích rentgenových mikroskopií a využívá stabilního rentgenového záření s řízenou kruhovou polarizací [32]. Energie svazku je naladěna na specifickou absorpční hranu pozorovaného materiálu. Rentgenový svazek při průchodu materiálem interaguje s magnetickými momenty dle jejich průmětu do směru svazku a následně svazek způsobuje vznik fotoemisních elektronů na podkladovém substrátu (obrázek 2.2). Rozdílné kruhové polarizace mají odlišnou absorpci uvnitř materiálu a jejich kombinace tak dokáže oddělit příspěvek materiálu a magnetizace ze změny intenzity prošlého svazku. Vzorek



Obrázek 2.2: Schéma vzniku magnetického signálu XMCD-PEEM z objemu magnetického nanovláknka. Rentgenový svazek dopadá na nanovláknko pod úhlem pro vytvoření stínové oblasti na substrátu, za měřenou strukturou. Při průchodu vláknem dochází k ovlivnění svazku lokální magnetizací vzorku a z vlákna jsou extrahovány fotoemisní elektrony. Svazek dále pokračuje za nanovláknko a dopadá na substrát, kde opět dochází k fotoemisi elektronů (oblast stínu). Všechny emitované elektrony jsou naváděny na detektor, kde vzniká obraz. Intenzita elektronů z oblasti stínu obsahuje informaci o orientaci magnetizace vůči přicházejícímu rentgenovému svazku. Převzato a upraveno z [32].

je vždy mapován vícekrát s levotočivě i pravotočivě polarizovaným svazkem. Vzájemnou obrazovou analýzou získaných snímků se odečte vliv materiálu a získá se tak mapa intenzity detekovaných elektronů, která odpovídá lokální orientaci a velikosti magnetizace v materiálu. Technika běžně dosahuje rozlišení 25 nm. Nevýhodou XMCD-PEEM je technická náročnost zobrazování a časová náročnost přípravy jednotlivých experimentů [45].

Pro získání komplexnější analýzy materiálu je možné transmisní rentgenové techniky korelovat s dalšími technikami. Příkladem je spojení rastrovacího transmisního rentgenového mikroskopu s mikroskopem atomárních sil [47]. Díky spojení lze získat korelovaná a přesná data o magnetickém uspořádání materiálu vůči jeho topografii.

2.2 Transmisní elektronová mikroskopie

Transmisní elektronová mikroskopie (TEM) spočívá v prozařování tenkého vzorku (desítky až nižší stovky nm) homogenním elektronovým svazkem o energiích typicky v rozmezí (60 – 300) keV [48]. Elektronový svazek vzniká v elektronovém zdroji, odkud prochází první částí optického tubusu, kde je měněn elektromagnetickými čočkami a korektory. Svazek následně prochází objektivem, který svazek nechá projít kolmo skrz umístěný vzorek. Po průchodu vzorkem je prošlý svazek fokusován druhou částí optického tubusu s dalšími elektromagnetickými čočkami. Svazek je čočkami fokusován tak, aby vytvářel na CCD (*Charge Coupled Device*) čipu reálný, nebo difrakční obraz. V reálném obraze je pozorován pokles intenzity svazku po průchodu vzorkem, podobně jako ve standardním optickém mikroskopu. Difrakční obraz je tvořen specifickým uskupením světlých bodů, které odpovídají jednotlivým meziatomárním rovinám uvnitř vzorku. [49, 50].

Čím dál více rozšířenou adaptací TEM je rastrovací transmisní elektronová mikroskopie (*Scanning Transmission Electron Microscopy* – STEM), kdy elektronový svazek neprochází celou oblastí vzorku naráz. Svazek je v STEM pomocí optické soustavy na vzorek fokusován a analyzovaná oblast vzorku je rastrována řádek po řádku.

TEM i STEM lze využívat společně s širokou škálou detektorů pro analýzu strukturních, chemických, elektrických i magnetických vlastností vzorku. Metody pro analýzu magnetických vlastností patří do tzv. Lorenzova režimu (S)TEM.

2.2.1 Transmisní elektronová mikroskopie v Lorentzově režimu

Transmisní elektronový mikroskop v Lorentzově režimu (LTEM) vychází z ohybu elektronového svazku při průchodu magnetickým vzorkem vlivem Lorentzovy síly

$$\mathbf{F} = e(\mathbf{v} \times \mathbf{B}), \quad (2.1)$$

kde e je náboj elektronu, \mathbf{v} rychlost elektronu a \mathbf{B} je magnetická indukce v okolí trajektorie elektronu [45]. Silové působení na elektron je velmi slabé, ale existuje několik zobrazovacích (magnetických) módů, kterými lze tuto silovou interakci zviditelnit. Limitací všech uvedených módů je ve většině případů magnetické pole objektivu přítomné

v okolí vzorku. Magnetické pole objektivu dosahuje vysokých hodnot v řádu jednotek T, které v některých případech může kompletně změnit magnetickou strukturu materiálu. Obecně je proto snaha u magnetického zobrazování TEM magnetické pole v okolí vzorku odstranit. Toho lze dosáhnout buď speciální konstrukcí mikroskopu TEM, který má objektiv s děleným magnetickým polem (vzorek je mimo pole), nebo vypnutím objektivové cívky. Poslední uvedené sice nevyžaduje konstrukční změnu mikroskopu, ale výrazně zhorší možné rozlišení techniky [49].

Fresnelův mód

Fresnelův mód využívá obrazovou analýzu podostřených, zaostřených a přeastřených snímků dané oblasti, z nichž je možné získat snímek doménových stěn vzorku. Doménové stěny jsou v snímku zobrazeny jako světlé nebo tmavé linie a to podle polarity stěny (obrázek 2.3a-c).

Mód lze snadno použít na většině standardních TEM mikroskopů, ale oproti ostatním LTEM módům má nižší rozlišení. Nižší rozlišení je způsobeno nutností velké (řádově μm) defokusace pro snímání.

Focaultův mód

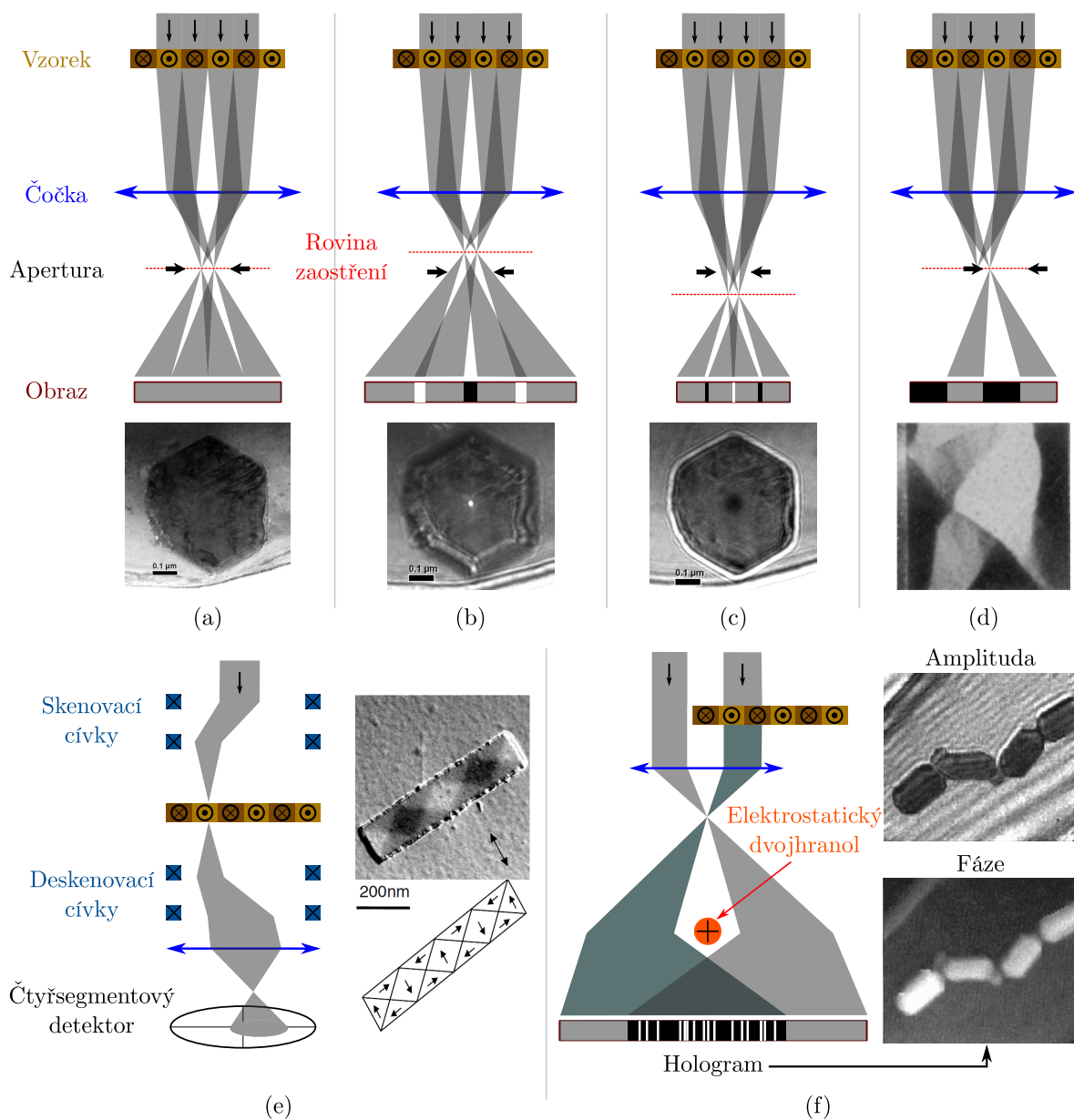
Focaultův mód využívá vhodně umístěnou aperturu v difrakční rovině, která blokuje jeden z rozštěpených difrakčních bodů. K rozštěpení bodu dochází kvůli odlišné magnetické indukci (magnetizaci) v jednotlivých doménách feromagnetika. Vzorovým příkladem může být vzorek ve kterém jsou domény vzájemně otočené o 180° . Vzniklé difrakční body v difrakční obrazové rovině za takovým vzorkem jsou rozštěpené působením magnetické indukce v jednotlivých doménách. Zastíněním jednoho z těchto bodů pomocí apertury bude mít doména, která způsobila stočení svazku do tohoto bodu, nižší intenzitu na výsledném obraze (obrázek 2.3d).

Oproti Fresnelovu módu je zde dosáhováno vyššího rozlišení, ale kvůli problematickému seřizování apertury, je Focaultův mód méně využíván.

Diferenciální fázový kontrast

Technika diferenciálního fázového kontrastu (*Differential Phase Contrast* – DPC) vyžaduje využití STEM režimu. Svazek prošlý každým bodem nemagnetického vzorku je následnou optickou sestavou naveden na střed čtyřsegmentového detektoru (obrázek 2.3e). V případě magnetického materiálu, dojde působením lokální magnetické indukce (magnetizace) uvnitř materiálu k mírnému vychýlení svazku. Vychýlení na detektoru způsobí rozdílnou intenzitu v jednotlivých segmentech detektoru, z čehož lze vypočítat míru vychýlení a tak i magnetizaci dané oblasti.

Nevýhodou techniky je požadavek na komplikovanější prozařovací mikroskop schopný rastrovacího módu. STEM mikroskop zároveň musí obsahovat vhodný čtyřsegmentový detektor. Technika DPC dosahuje vysokého rozlišení. V posledních letech byla dokonce prokázána schopnost měření magnetického pole jednotlivých atomárních sloupců materiálu [51].



Obrázek 2.3: Schéma a snímek vzorku pro jednotlivé módy LTEM. (a-c) Fresnelův zobrazovací mód v popořadě zaostřeném, přeostrněm a podostřeném stavu. Defokusací dojde k zviditelnění DW ve vzorku. (d) Foucaultův mód s vyosenou aperturou v difrakční rovině. Zastíněním jednoho z rozštěpených difrakčních bodů dojde ke snížení intenzity magnetických domén s příslušnou orientací magnetizace. (e) Mód DPC v technice STEM. Svazek je stáčen magnetickou indukcí vzorku, kvůli čemuž dopadá mimo střed čtyřsegmentového detektoru. Poměr intenzit svazku v jednotlivých segmentech odpovídá vychýlení svazku, které je přímo úměrné lokální magnetické indukci ve vzorku. (f) Mód elektronové holografie. Svazek je rozdělen na referenční a prozařovací větve, které jsou následně elektrostatickým dvojhnanolem (nabitě vlákno) opět spojeny. Spojením dojde k mimo-osé interferenci a vzniku hologramu, který obsahuje informaci o změně amplitudy a fáze svazku prošlého vzorkem. Amplitudový obraz odpovídá klasickému TEM obrazu a fázový obraz je spojený s rozložením magnetického vektorového potenciálu. Převzato a upraveno z [45].

Elektronová holografie

Elektronová holografie většinou využívá mimo-osé interference referenční a prozařovací větve elektronového svazku (obrázek 2.3f) [52]. Elektronový svazek je rozdělován a spojován většinou pomocí elektrostatických dvouhranolů (nabitě vlákno). Technika využívá fázového zpoždění elektronového svazku ve vzorku, které je způsobeno magnetickým vektorovým a elektrostatickým potenciálem. V magnetických měřeních je příspěvek od elektrostatického potenciálu kompenzován, nebo matematicky odstraňován. Ze zachyceného holografického snímku, jsou tak výpočtem získány mapy amplitudy a změny fáze. Mapa amplitudy odpovídá poklesu intenzity svazku na vzorku jako v klasické TEM. Fázová mapa kvantitativně odpovídá lokální magnetizaci (magnetickému poli) vzorku.

Elektronová holografie, vykazuje stejně jako DPC vysoké laterální rozlišení, ale má výhodu osvitu celé oblasti naráz. Zásadní roli v rozlišení ale hraje korekce aberací při zpracování hologramu. Rozlišení snímků z elektronové holografie dosahuje řádu jednotek desetin nm [48].

2.3 Rastrovací elektronová mikroskopie

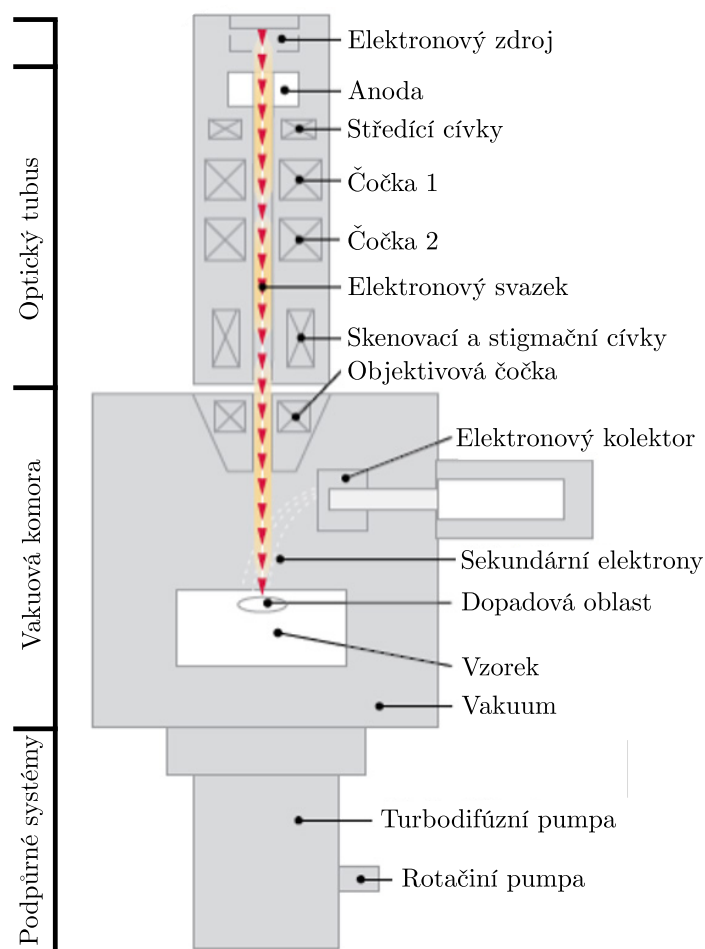
První prakticky použitelný SEM byl představen V. K. Zworykinem roku 1942 [53]. Jednalo se o pokrok v zobrazování povrchů objemových materiálů s rozlišením pod difrakčním limitem světla. Elektronová mikroskopie využívá svazku urychlených elektronů (běžně až 40 keV), kterým je povrch vzorku rastrován a detektory v bodech zaznamenávají různé druhy elektronů (sekundární, zpětně odražené aj.) nebo další dostupné signály (například rentgenové záření) [54]. Při rastrování je v každém místě (pixelu) snímku uložena hodnota intenzity snímaného signálu na vybraném detektoru. Rozlišení snímků je primárně ovlivněno průměrem fokusovaného elektronového (*stopy*) svazku na povrchu vzorku.

Elektronový mikroskop lze rozdělit obecně na čtyři části a to zdroj elektronů, optický tubus, vakuovou komoru a podpůrné systémy (obrázek 2.4). Typ a rozmístění detektorů ve vakuové komoře, či na konci optického tubusu mikroskopu, pak určují jaké údaje o vzorku můžeme získat.

Nejčastěji jsou pro charakterizaci morfologie vzorků pomocí SEMu využívány zpětně odražené elektrony (BSE) a sekundární elektrony (SE). Často lze pro chemickou analýzu během měření vytvářet energiově disperzní rentgenovou spektroskopii (EDX). Ta zaznamenává rentgenová spektra emitované vzorkem, ze kterých lze podle přítomných charakteristických píků určit chemické složení vzorku [55].

BSE mají energie od 50 eV až do energie svazku a pohybují se od vzorku po přímých trajektoriích téměř neovlivněny sběrným polem¹. Nejenergetičtější BSE pochází přímo z elastických srážek primárních elektronů svazku se vzorkem. Když BSE opouštějí vzorek, může dojít k sekundárním interakcím se vzorkem, což má za následek snížení jejich výsledné energie. Intenzita detekovaných BSE ze vzorku je primárně závislá na atomovém čísle prvku v dané oblasti vzorku. Detekce BSE tak umožňuje rozlišit různé

¹Detektor musí mít ideální prostorový sběr v co největší oblasti.



Obrázek 2.4: Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu se zvýrazněním čtyř hlavních částí mikroskopu: zdroje elektronů, optického tubusu, vakuové komory a podpůrných systémů. Převzato a upraveno z [50].

materiály ve vzorku. Kontrast jednotlivých oblastí na vzorku je také závislý na malých natočeních (1 % – 10 %) krystalografické orientace vzorku.

SE jsou výsledný produkt z neelastické srážky primárních elektronů se vzorkem a jedná se o elektrony uvolněné z vrchních vrstev atomárních slupek. Emitované SE jsou schopny vzorek opustit pouze z hloubky několika nm. Elektrony emitované v hlubších oblastech vzorku jsou vzorkem opětovně absorbovány. Emise elektronů SE probíhá nejpravděpodobněji v rozsahu energií (2 – 5) eV. SE nesou podstatnou informaci o morfologii povrchu, protože jejich intenzita na detektoru závisí na náklonu vzorku a také prvkovému složení vzorku. V signálu SE použitých pro zobrazení vzorku často dochází ke vzniku specifických artefaktů. Nejčastějším artefaktem je hranový jev, kdy intenzita SE zachycených z hrany objektu je větší než z plochy. Dalším častým artefaktem je vznik oblastí s nižší intenzitou vlivem zastínění trajektorie SE k detektoru okolními strukturami. Analýzu morfologie vzorků může také komplikovat podobné zobrazení (tmavá oblast) děr ve vzorku a oblastí s nižší emisivitou (jiný materiál) [50, 53, 56].

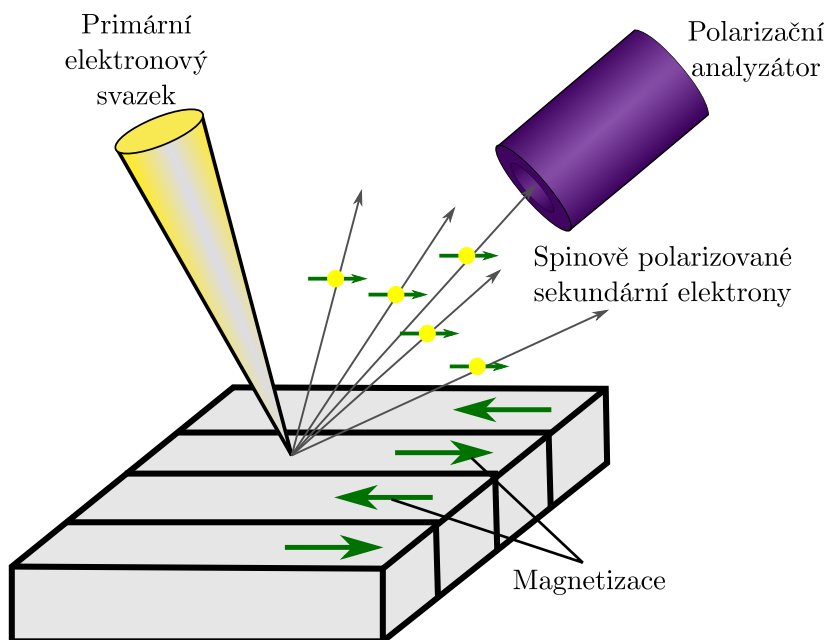
Trajektorie obou typů elektronů je možné ovlivnit působením magnetického pole. SE o energiích < 10 kV jsou vychylovány magnetickým polem nad vzorkem. BSE mají

změněnou trajektorie z důvodu působení magnetické indukce uvnitř materiálu. Pro detekci těchto působení na elektrony bylo dříve využíváno speciálně upravených detektorů schopných velice přesně vybírat elektrony jen o stanovené trajektorii a energii. Elektrony odchýlené od požadované trajektorie nebyly detektorem zachyceny, čímž bylo možné měřit magnetické působení jako pokles počtu zachycených elektronů na detektoru. Kvůli nízkému magnetickému signálu, který je špatně odlišitelný od ostatních vlivů na elektrony a špatnému laterálnímu rozlišení není uvedeného principu běžně využíváno pro měření magnetických materiálů [57].

Pro magnetické snímání v SEM se ukázalo, že je vhodnější místo změny trajektorie detekovat polarizace SE ze vzorku. Bylo prokázáno, že ve feromagnetických materiálech mají jednotlivé polarizace SE různou absorpci [58] i emisivitu [59] podle lokální magnetizace materiálu. Toho bylo později využito při návrhu magneticky citlivé rastrovací elektronové mikroskopie s polarizační analýzou (*Scanning Electron Microscopy with Polarization Analyzer* – SEMPA) [60].

2.3.1 Rastrovací elektronová mikroskopie s polarizační analýzou

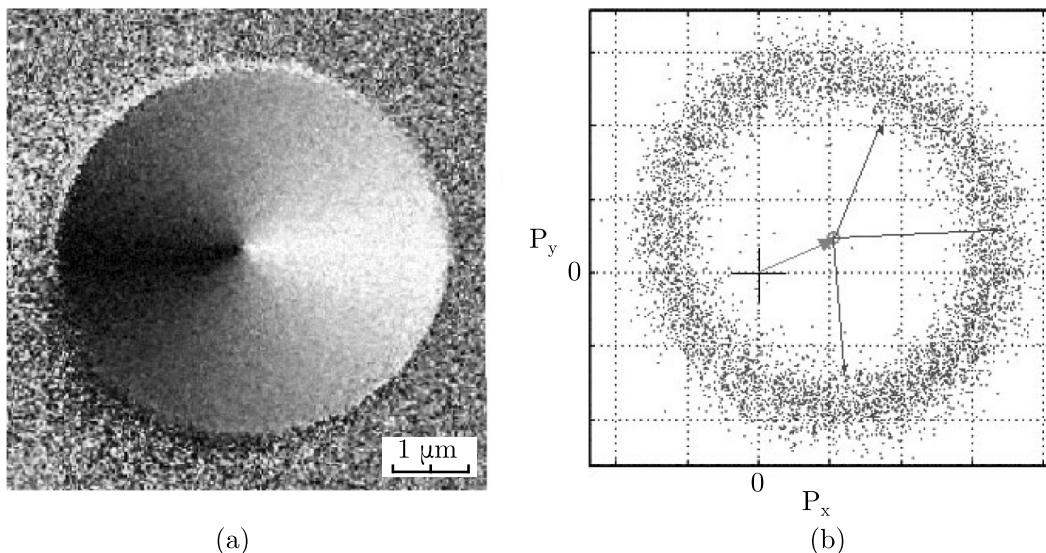
Při SEMPA se stejně jako u klasické SEM (kapitola 2.3) rastruje vzorek svazkem urychlených elektronů a detekuje emitované sekundární elektrony (SE). Vlivem působení elektronů vzorku v okolí Fermiho hladiny, je emise pomalých SE (jednotky eV) preferována pro polarizaci shodnou s lokální magnetizací vzorku (obrázek 2.5). Úroveň



Obrázek 2.5: Schéma techniky SEMPA. Feromagnetický materiál je rastrován nepolarizovaným primárním fokusovaným svazkem. Primární svazek emituje SE (žlutě), které jsou sbírány polarizačním analyzátozem. Orientace spinového magnetického momentu SE detekovaná analyzátozem je přímo úměrná velikosti a směru magnetizace materiálu. Převzato a upraveno z [60]

polarizace SE je přímo závislá na směru a velikosti magnetizace vzorku. Díky tomu je

možné získat kvantifikovanou mapu magnetizace vzorku (obrázek 2.6a). Polarizace SE (obrázek 2.6b) je většinou analyzována pomocí rozptylového Mottova detektoru. Nevýhodou techniky je nízká efektivita analyzátoru a informační hloubka pár monovrstev vyžadující velmi čisté vzorky, tedy je nutné ultra vysoké vakuum (UHV). Laterální rozlišení u nové generace SEMPA systému dosahuje až 5 nm [45].



Obrázek 2.6: Ukázka snímku magnetického tenkého disku zachyceného technikou SEMPA. Magnetizace feromagnetických kruhových mikrodisků se vzhledem k válcové symetrii uzavírá do kruhu. Tato skutečnost je hezky zachycena jak na snímku intenzity magnetického signálu (a) tak na rozložení polarizací zachycených elektronů (b). V pravém obrázku každý bod značí polarizaci (vynesenou do složek x a y) z jednotlivých pixelů snímku (a). Převzato a upraveno z [45].

2.4 Rastrovací sondová mikroskopie

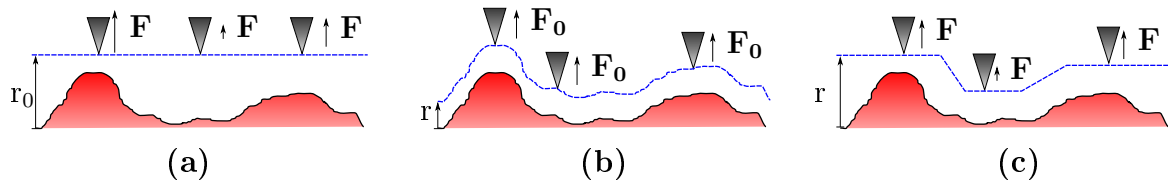
Rastrovací sondová mikroskopie (*Scanning Probe Microscopy* – SPM) je skupina technik využívajících ostrých hrotů pro analýzu vzorku. V SPM je vždy zkoumaná oblast vzorku rastrována hrotem řádek po řádku, čímž je získána prostorová mapa mechanických, elektrických, magnetických či optických vlastností.

2.4.1 Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (*Atomic Force Microscopy* – AFM) byla vyvinuta roku 1986 [61] a patří k základním technikám SPM. Využívá velmi ostrého nevodivého hrotu, který silově interaguje s povrchem vzorku. Silové působení mezi hrotem a povrchem je krátkodosahové a je popsáno Lennard-Jonesovou rovnicí:

$$F = -\frac{A}{r^7} + \frac{B}{r^{13}}, \quad (2.2)$$

kde A a B jsou empiricky určené interakční konstanty [62]. Na základě tohoto silového působení je v režimu konstantní síly, konstantní výšky, nebo v kombinovaném režimu mapována topografie povrchu s laterálním rozlišením až v řádu desetin nm (obrázek 2.7). Pro měření silového působení je využíváno kontaktního, bezkontaktního nebo poklepového režimu [63]. Dále bude popsán pouze poklepový režim, který byl využitý v rámci této práce.



Obrázek 2.7: Schematické znázornění měření AFM v kontaktním režimu v (a) módu konstantní výšky, (b) módu konstantní síly a (c) kombinovaném módu. Převzato z [63].

Při poklepovém režimu se využívá sondy s hrotem na konci křemíkového raménka (*cantilever*), které je rozkmitáváno na vlastní rezonanční frekvenci. Frekvence oscilací jsou snímány, přičemž změna frekvence svojí velikostí odpovídá velikosti silové interakce (obrázek 2.8a). Zpětnovazebný systém mikroskopu tuto změnu detekuje a upravuje vzájemnou polohu hrotu a povrchu vzorku tak, aby změnu frekvence vykompenzoval. Oscilace raménka jsou často měřeny opticky nebo pomocí samosnímacích sond.

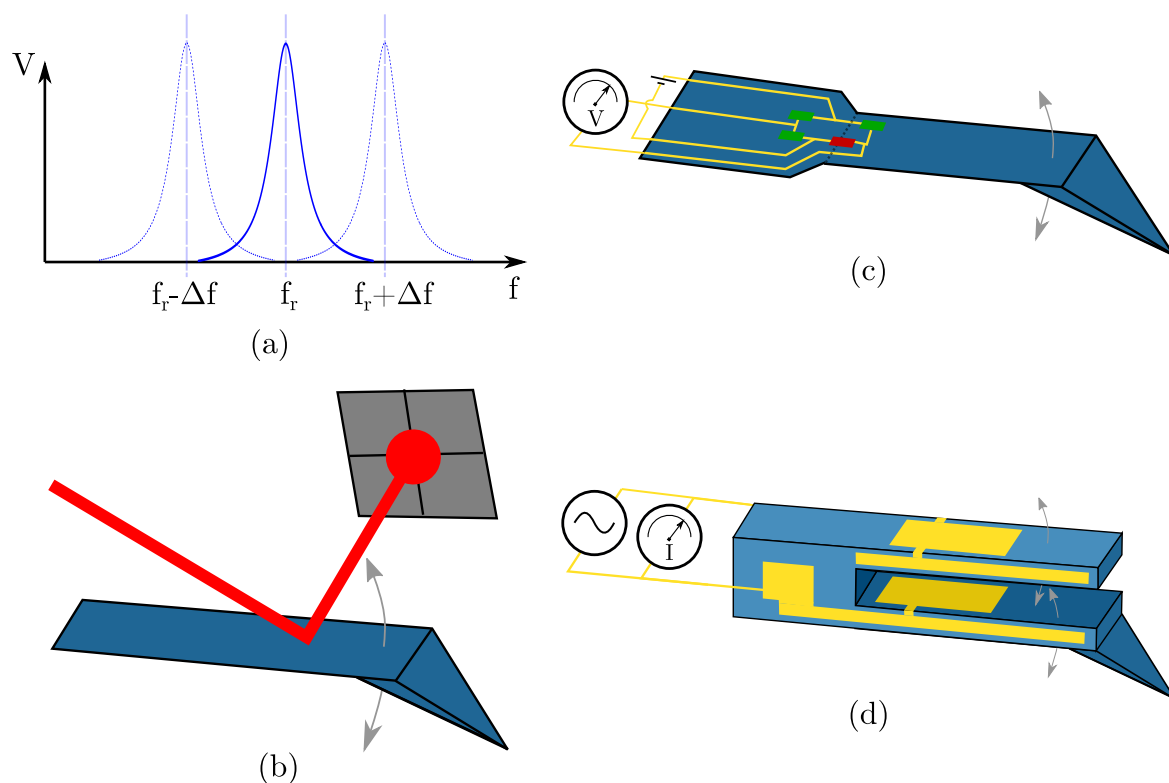
U optické detekce se využívá laseru svítícího na zadní stranu raménka sondy, odkud je laserový svazek odražen do čtyřsegmentového fotodetektoru. Měří se intenzita dopadajícího svazku v jednotlivých sektorech detektoru, která odpovídá ohybu raménka (obrázek 2.8b).

Samosnímací sondy obsahují integrovaný elektrický senzor, na kterém se měří změny elektrického proudu nebo napětí. Jako senzor je možné využít například Wheatstonův můstek s piezorezistivním členem umístěným na raménku sondy (obrázek 2.8c). Dalším používaným senzorem je křemenná ladička, která je díky piezoelektrickým vlastnostem schopná budít a zároveň i vyčítat vlastní oscilace (obrázek 2.8d) [61–63].

2.4.2 Mikroskopie magnetických sil

MFM je pokročilejší technika ze skupiny SPM vyvinutá roku 1987. Pro měření je obvykle využíváno křemíkové sondy s tenkou magnetickou vrstvou tvořenou Co, Pt a Cr. Magnetická měření pomocí MFM běžně dosahují laterálního rozlišení v řádu desítek nm [45].

Měření MFM nejčastěji funguje na dvouprůchodovém principu a využívá detekci frekvenční, nebo fázové změny oscilující sondy. V prvním průchodu je změřena topografie řádku v poklepovém, nebo bezkontaktním režimu. Po naměření topografie, je hrot oddálen od povrchu vzorku (řádově o desítky nm). Následně je změřen druhý průchod, při kterém se kopírováním naměřené topografie udržuje konstantní vzdálenost od povrchu tzv. *lift* [64]. Vzhledem ke konstantní vzdálenosti hrotu a povrchu jsou Lennard-Jonesovy krátkodosahové síly téměř nulové, nebo konstantní. To umožňuje detekci frekvenčních posunů oscilací sondy, způsobených slabší, ale dalekodosahovou



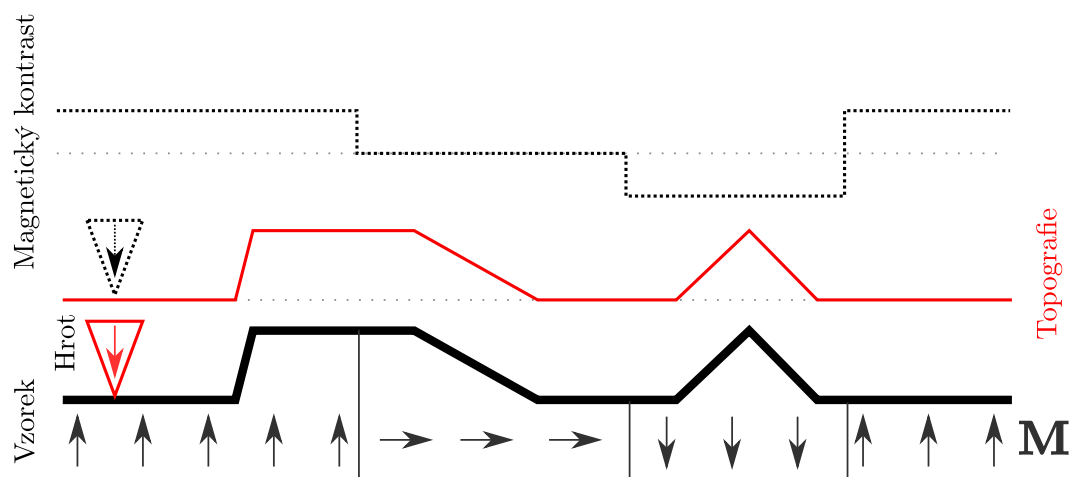
Obrázek 2.8: (a) Schéma posunutí rezonanční křivky vlivem silové interakce mezi hrotem a povrchem vzorku. (b-d) Schéma principu snímání oscilací raménka sondy s hrotem pomocí: (b) optické detekce laserového svazku odráženého od zad raménka, (c) měření napětí na Wheatstoneovu můstku s piezorezistivním členem (červeně) a (d) měření proudu z piezoelektrické křemenné ladičky.

interakcí magnetického pole vzorku s magnetickým hrotem (obrázek 2.9) [65].

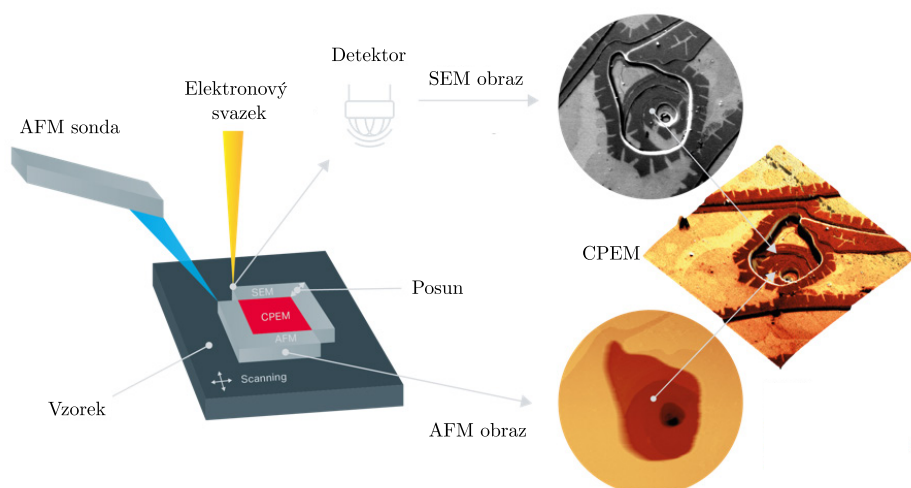
2.5 Korelovaná sondová a elektronová mikroskopie

U CPEM je využíváno horizontálně statického umístění SPM sondy a elektronového svazku mikroskopu SEM. Pro měření je využíváno přesného skeneru, který pohybuje připevněným vzorkem a současně dochází ke sběru signálu z SPM sondy i elektronového svazku. Protože se SPM sonda ani svazek nepohybují, vzniklé snímky jsou vzájemně posunuté o nastavenou pevnou vzdálenost mezi hrotem sondy a svazkem (stovky nm). Takto provedená korelace zaručuje, že případné artefakty vzniklé při snímání vzorku jsou přítomny stejnou měrou ve všech zachycených mapách. Toto je zásadní oproti standardním pseudokorelovaným měřením, kdy je vzorek měřen dvěma nebo vícero metodami, a poté jsou signály externě korelovány. Při externí korelaci často dochází k nepřesnému sesazení v některých oblastech snímků vzniklých vlivem artefaktů z průběhu měření.

Další výhodou CPEM je velice rychlá a přesná navigace sondy do analyzované oblasti vzorku, nebo přímo na vybranou nanočástici. To je v klasickém SPM mikroskopu



Obrázek 2.9: Schéma dvouprůchodové techniky MFM. Během prvního průchodu hrotu na vzorku (tučná černá čára) dojde k záznamu topografie. Druhým průchodem v konstantní výšce nad vzorkem (červená čára) je měřen magnetický signál (černá tečkovaná čára).



Obrázek 2.10: Schéma principu metody CPEM. Převzato a upraveno z [66].

se světelnou navigací velmi komplikované až nemožné.

Variabilita techniky CPEM závisí na konfiguraci použitého mikroskopu SEM a použité sondy SPM. Touto technikou byla prokázána možnost korelace SEM s topografickým [67], ale i elektrickým a mechanickým měřením [68]. Prozatím nebyla naměřena korelovaná SEM a mikroskopie magnetických sil.

3. Charakterizace pohybu doménových stěn v magnetických cylindrických nanovlákních

Význam a potřebu metody korelované mikroskopie magnetických sil a elektronové mikroskopie, lze přímo pozorovat v probíhající mikromagnetickém výzkumu. Tato kapitola obsahuje ukázkou výzkumu mikromagnetismu na typických magnetických nanostrukturách – magnetických nanovlákních (NW). Výzkum byl zaměřen na charakterizaci vlastností doménových stěn v nanovlákních a byl převážně prováděn pomocí MFM. Uvedené výsledky byly získány v rámci pobytu ERASMUS+, který probíhal v laboratořích Néelova Institutu, CNRS a laboratořích SPINTECu, CEA v Grenoblu, Francii. Výzkum probíhal v rámci skupiny Oliviera Frucharta pod dohledem Michaela Schöbitze.

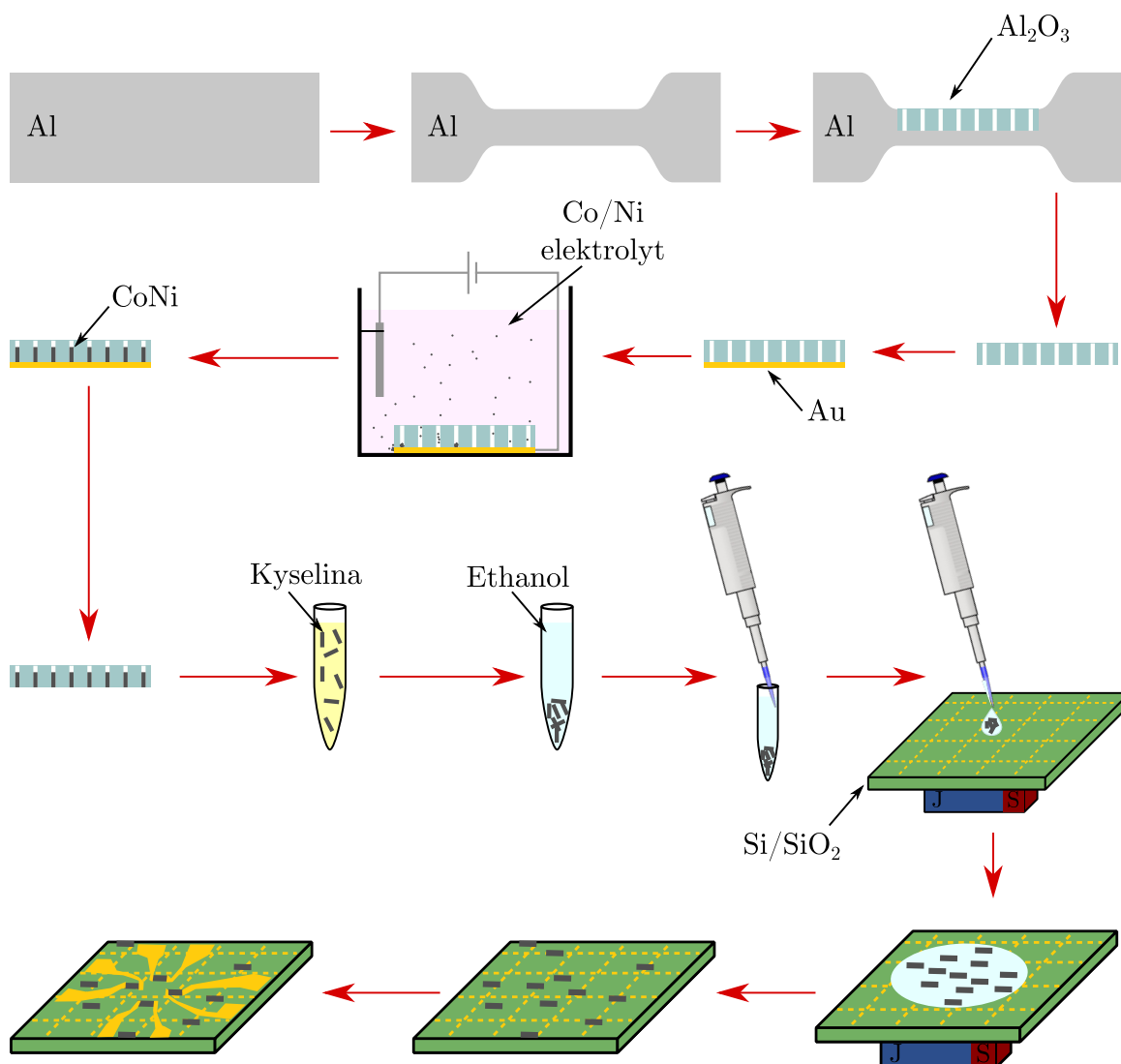
3.1 Vzorky

Pro lepší pochopení popsaných experimentů s NW, je v této kapitole mimo jiné popsán design a způsob výroby použitých vzorků¹ (obrázek 3.1).

V rámci výzkumu bylo využíváno různých materiálových složení NW, přičemž hlavní zaměření bylo na NW ze slitiny $\text{Co}_x\text{Ni}_{(100-x)}$. Pro tvorbu NW bylo využito metody galvanického pokovování (*electroplating process*).

Nejprve je z hliníkového plechu mechanicky vytvořena tenká (stovky μm) membrána, ve které se v kyselinové lázni řízenými elektrickými pulzy vyleptá porézní vrstva Al_2O_3 filmu. Hustota a velikost vzniklých pórů je v tomto případě řízena koncentrací roztoku a velikostí použitých pulzů. Přebytkové Al se odleptá, čímž zbude čistá porézní Al_2O_3 membrána. Porézní membrána je následně z jedné strany pokovena několika desítkami nm zlata, které v pórech slouží jako katoda. Přichystaná porézní membrána je poté vložena do elektrolytického roztoku. Z něj dojde aplikováním proudových impulzů k vyplnění pórů membrány materiálem z elektrolytu směrem od zlaté katody. Po plnění pórů je opatrně odleptána zlatá vrstva. Tím zůstane čistá Al_2O_3 membrána z části vyplněná magnetickými nanovlákními (obrázek 3.2a). Zaplněná membrána je často využívána pro studium obecných (objemových) magnetických, chemických či struktu-

¹Příprava vzorků byla provedena Michaelem Schöbitzem v laboratořích univerzity Fridrich-Alexander v Erlangenu, Německu a v laboratořích Néelova Institutu, CNRS a SPINTEC, CEA v Grenoblu, Francii.

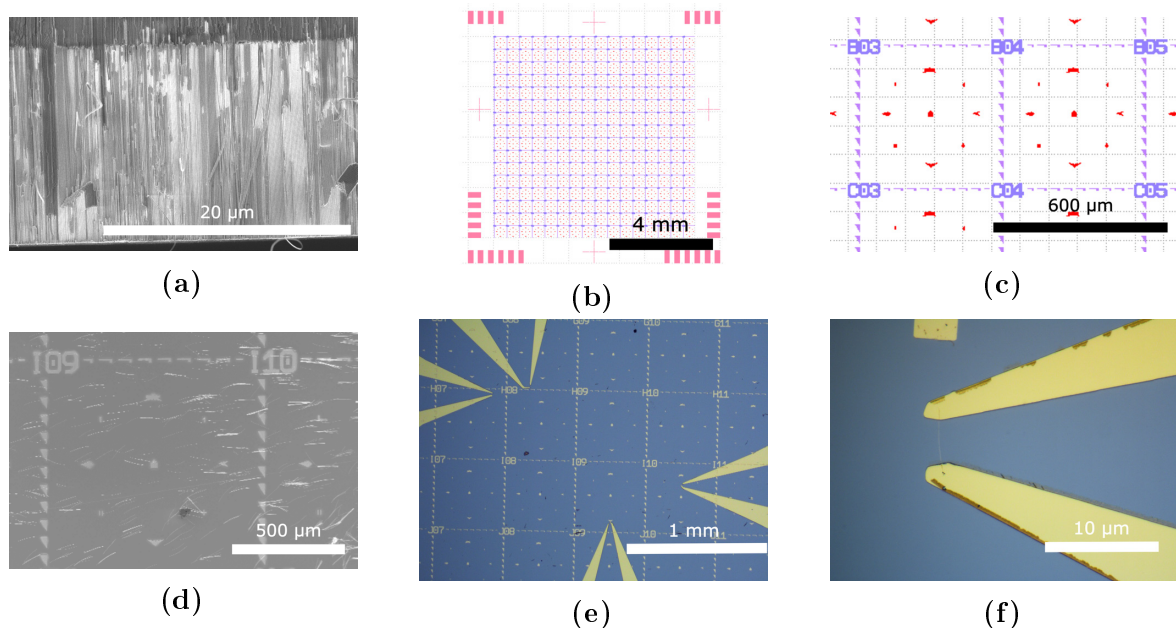


Obrázek 3.1: Schéma výroby vzorku s NW.

rálních vlastností, pomocí například magnetometrie a rentgenové analýzy. Pro studium jednovláknové fyziky, jsou NW ze zaplněné membrány uvolněna pomocí anorganické kyseliny. Rozpuštěním membrány dojde ke vzniku roztoku použité kyseliny obsahující vysokou koncentraci NW. Roztok kyseliny se poté zředí a nahradí lehce vypařitelným ethanol. Pro některé aplikace je využívána modifikace použití depozice atomárních vrstev (*Atomic Layer Deposition* – ALD) před vyplněním pórů. Pomocí ALD dojde k vytvoření tenké (~ 5 nm) vnější, například izolační (SiO₂), vrstvy.

Pro charakterizaci jednotlivých NW je nutné NW rozprostřít na nosný substrát. Jako nosič je využíván dvouvrstvý Si/SiO₂ substrát s vysokým odporem o rozměrech (10×10) mm² s litograficky tvořenými navigačními značkami pro snadnější optickou navigaci po vzorku (obrázek 3.2b, c). Rozprostření NW je prováděno v magnetickém poli, čímž dojde k naorientování většiny NW ve směru pole (obrázek 3.2d).

NW je nutné elektricky nakontaktovat z důvodu provádění proudových experimentů. Pomocí SEM jsou NW vybrána a lokalizována a následně na čtyři z nich jsou litografickým procesem nanášeny zlaté kontakty (obrázek 3.2e, f). Aby vyrobené vzorky byly



Obrázek 3.2: Obrázky z procesu přípravy vzorků s magnetickými nanovlákný. (a) SEM obrázek lomné hrany plněné membrány s NW (světlá část). (b) Návrh orientační masky na křemíkový substrát z programu Klayout. (c) Výřez dvou polí s viditelnými orientačními vzory (červeně) a navigační maticí (fialově). (d) SEM obrázek rozptýlených NW v sektoru I09 a částečně I10. (e) Střed vzorku po litografickém nakontaktování vybraných NW. (f) Detail NW mezi zlatými kontakty.

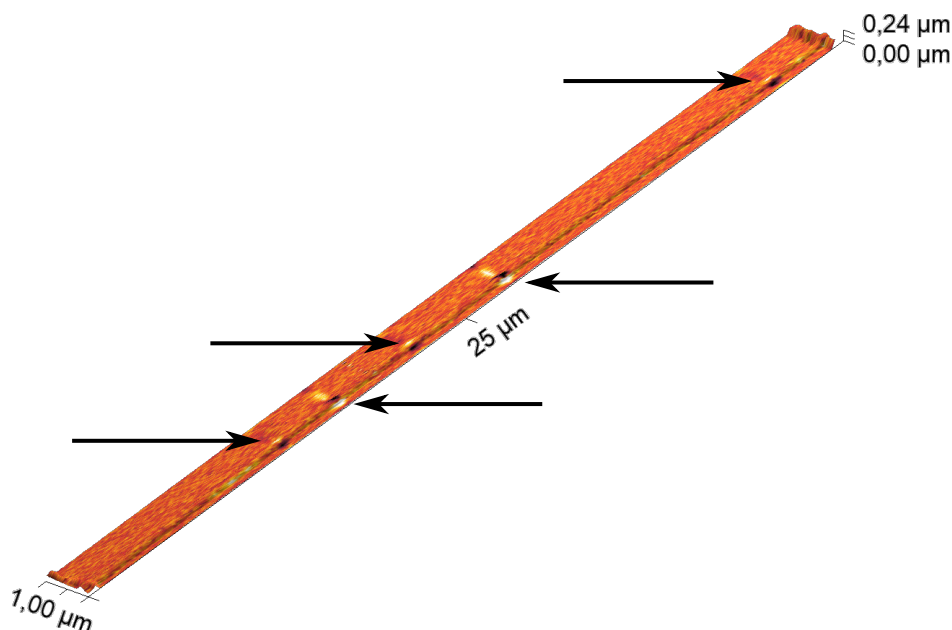
také měřitelné technikou XMCD-PEEM, jsou vybrány NW v prostoru $(1 \times 1) \text{ mm}^2$ na středu vzorku. Vzdálenější oblasti jsou v XMCD-PEEM zakryty.

3.2 Metodika experimentu

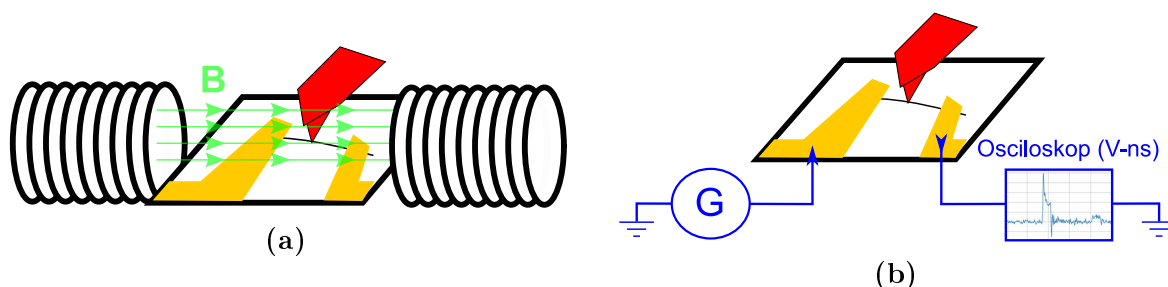
U provedených experimentů se kladl důraz převážně na informace o délkové hustotě vytvořených DW, velikosti odepínacího pole a rychlosti pohybu DW. Pro stanovení délkové hustoty DW stačí pouze spočítat množství stěn podél NW pomocí MFM (obrázek 3.3), či jiné mikromagnetické techniky. Stanovení velikosti odepínacího pole a rychlosti pohybu DW vyžadují komplexnější přístup a aplikaci externích řídicích impulsů. S DW bylo během dvou konfigurací experimentů manipulováno působením magnetického pole (obrázek 3.4a) a elektrického proudu (obrázek 3.4b).

Výhodou magnetického pole je rychlá a bezpečná výměna vzorku, protože magnety nepřichází se vzorkem do přímého kontaktu. Další výhodou byla přítomnost potřebných budících elektromagnetů přímo v sestavě mikroskopu. Nevýhodou je nemožnost poslat krátké pulzy pod 1 s (magnetické pole je zapínáno a vypínáno manuálně). V případě diagonální orientace NW na substrátu je problémem nutnost precizního naorientování NW do směru magnetického pole, kvůli omezenému prostoru mezi pólovými nastavci elektromagnetu.

Výhodou proudových experimentů je možnost posílat velice dobře definované a krátké proudové pulzy (snadno v řádu ns). Další nespornou výhodou je působení proudu vždy



Obrázek 3.3: 3D obraz žíhaného $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ NW tvořený topografickým profilem s barevnou škálou dle magnetického fázového kontrastu z druhého průchodu MFM. Černé a bílé tečky na NW (vyznačeno černými šipkami) značí přítomnost doménové stěny.

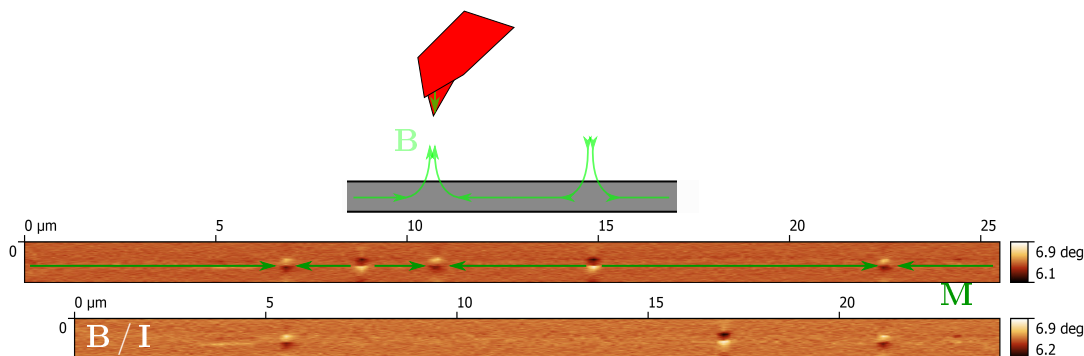


Obrázek 3.4: Schéma sestavy pro měření pohybu DW v magnetických cylindrických nanovláčkách s použitím magnetických (a) a proudových (b) pulzů.

jen na jedno vybrané NW, přičemž zbytek NW na vzorku je neovlivněných. To redukuje nutnost opětovné demagnetizace vzorku. Velkou nevýhodou je zahřívání NW vlivem Joulova tepla [44], které může způsobit změnu krystalografické struktury, spontánní uvolnění DW termální energií, nebo roztání celého NW. Také v případě proudových experimentů je velké riziko zničení NW vlivem statické elektřiny při elektrickém propojování nanovláknů do systému. I při velmi malém statickém výboji o hodnotě 30 V projde NW o průměru 90 nm proud o hustotě $6 \cdot 10^{12} \text{ A/m}^2$. Taková hodnota proudu způsobí ohřev o více než 700°C ($T_C \approx 680^\circ\text{C}$). Výboje o nižších hodnotách jako je 5 V či 12 V (napětí běžně přítomná v elektronice) NW přímo nezničí, ale spolehlivě odstraní všechny nebo většinu DW. [69].

Metodika experimentu je v obou případech totožná. Měření probíhalo na multifunkčním AFM mikroskopu NTEGRA od firmy NT-MDT v uspořádání se skenující sondou (statický vzorek). Postup experimentu po založení vzorku, a případném napojení do elektrického obvodu u proudových experimentů, probíhá v několika krocích.

- (i) Nalezení NW na vzorku pomocí navigačních struktur na substrátu a SEM snímků.



Obrázek 3.5: Ukázka dvou po sobě jdoucích magnetických snímků NW, po aplikování externího magnetického nebo elektrického pulzu. Na horním schématu je znázorněn způsob čtení magnetizace (zeleně) domén NW díky známé magnetické orientaci magnetického hrotu MFM sondy.

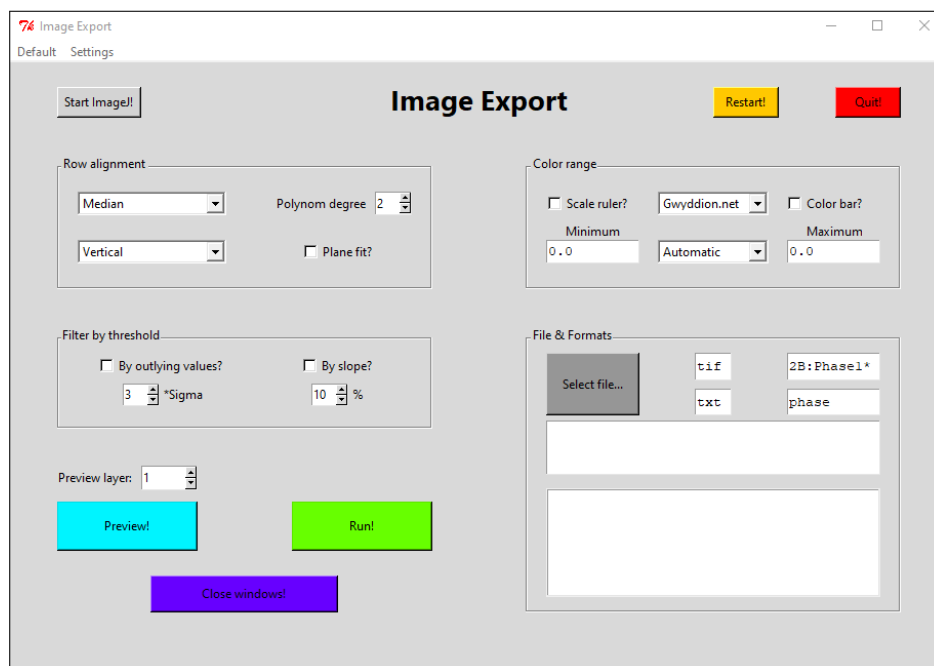
- (ii) Provedení přehledového AFM skenu pro nacentrování NW do skenované oblasti (nemožné přesně naladit s optickým mikroskopem).
- (iii) Upravení skenované oblasti na úzké ($2\ \mu\text{m} - 3\ \mu\text{m}$) okolí NW s mírným přesahem na zlaté elektrody (slouží jako reference pro stanovení poloh DW).
- (iv) Záznam počátečního stavu magnetizace NW technikou MFM.
- (v) Vzdálení hrotu od vzorku.
- (vi) Poslání externího magnetického nebo elektrického impulzu.
- (vii) Změření stavu magnetizace po pulzu technikou MFM.
- (viii) Opakování bodu (v) – (viii) dokud se v NW nacházejí doménové stěny, či než se NW zničí (u proudových experimentů velmi časté).

Výsledkem provedeného experimentu je sada snímků magnetických stavů NW, kdy každá po sobě jdoucí dvojice obsahuje informaci o pohybu doménových stěn v reakci na poslaný externí impulz. Díky známé magnetizaci hrotu je zároveň možné v každém obraze vyčíst směr magnetizace jednotlivých domén v NW, podle polarity stěny (obrázek 3.5).

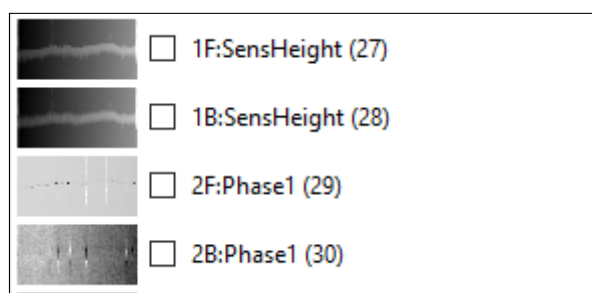
3.2.1 Zpracování dat

Snímky jednotlivých měření během experimentu byly ukládány do jednoho souboru, který byl poté zpracováván. Zpracování naměřených snímků spočívalo v exportu jednotlivých magnetických snímků (korekce řádkových nerovností, vyrovnaní roviny, odstranění bodových chyb, úprava barevné škály v programu Gwyddion [70]) a poté se ručně změřily zaznamenané pohyby (v programu ImageJ [71]). Zpracování jednoho záznamu experimentu bylo časově náročné, přičemž samotný export snímků probíhal standardně několik hodin.

Z důvodu časové úspory byl navržen a naprogramován program ImageExport (viz dodatek A), který automaticky provede export požadovaných magnetických, nebo topografických snímků (obrázek 3.6). V programu lze nastavit korekce řádkových nerovností,



Obrázek 3.6: Okno uživatelského prostředí programu Image Export pro rychlé zpracování SPM měření. Podrobný popis k nahlédnutí v dodatku A.



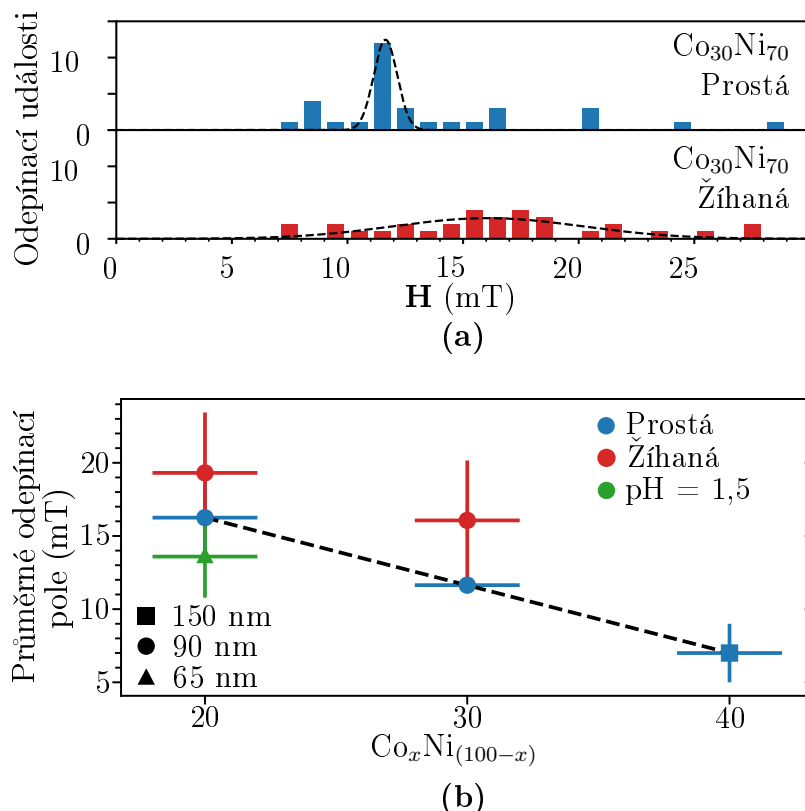
Obrázek 3.7: Ukázka vrstev souboru .mdt v softwaru Gwyddion. Zobrazené vrstvy odpovídají jednomu uloženému MFM měření během experimentu (první a druhý průchod dvěma směry).

vyrovnání roviny, odstranění bodových chyb a úpravu barevné škály. Zvolené nastavení lze vyzkoušet na náhledovém snímku, a poté jej aplikovat na celý soubor. Tím dojde k automatickému exportu snímků magnetického stavu NW během několika desítek vteřin. Celý proces exportu snímků ze souboru se díky tomuto programu zkrátil na několik minut.

3.3 Experimenty s magnetickým polem

Pro experimenty s použitím kontrolovaných magnetických pulzů bylo využito vlastního magnetického systému v mikroskopu NTEGRA pro generování magnetického pole ve směru roviny vzorku. Magnetické pole je ovládáno přímo v systému mikroskopu a obsahuje nastavení se zpětnou vazbou, které zaručuje přesné nastavení velikosti magnetického pole až do hodnoty 100 mT. Pulzy jsou spínány manuálně a obvykle trvaly v řádu

několika sekund.



Obrázek 3.8: (a) Rozložení odepínacích událostí v závislosti na absolutní hodnotě použitého magnetického pole ve směru osy vlákna pro $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ nanovlákná prostá (nahore) a žíhaná (dole). Čárkovaně je v grafech vyznačeno proložení dat Gaussovou funkcí pro určení průměrného odepínacího pole přiřazeného maximu funkce. (b) Průměrná odepínací pole v závislosti na obsahu kobaltu v $\text{Co}_x\text{Ni}_{(100-x)}$ nanovlákněch. Odepínací pole jsou vyneseny pro prostá nanovlákná (modře), pro žíhaná nanovlákná (červeně) a pro nanovlákná připravovaná při regulovaném pH (zeleně). Nanovlákná o různých průměrech jsou vyznačena různým tvarem bodu: čtverec (150 nm), kruh (90 nm) a trojúhelník (65 nm). Čárkovaná linie slouží jako vodítko pro oči a také naznačuje možný trend obecné závislosti odepínacího pole a obsahu Co [29].

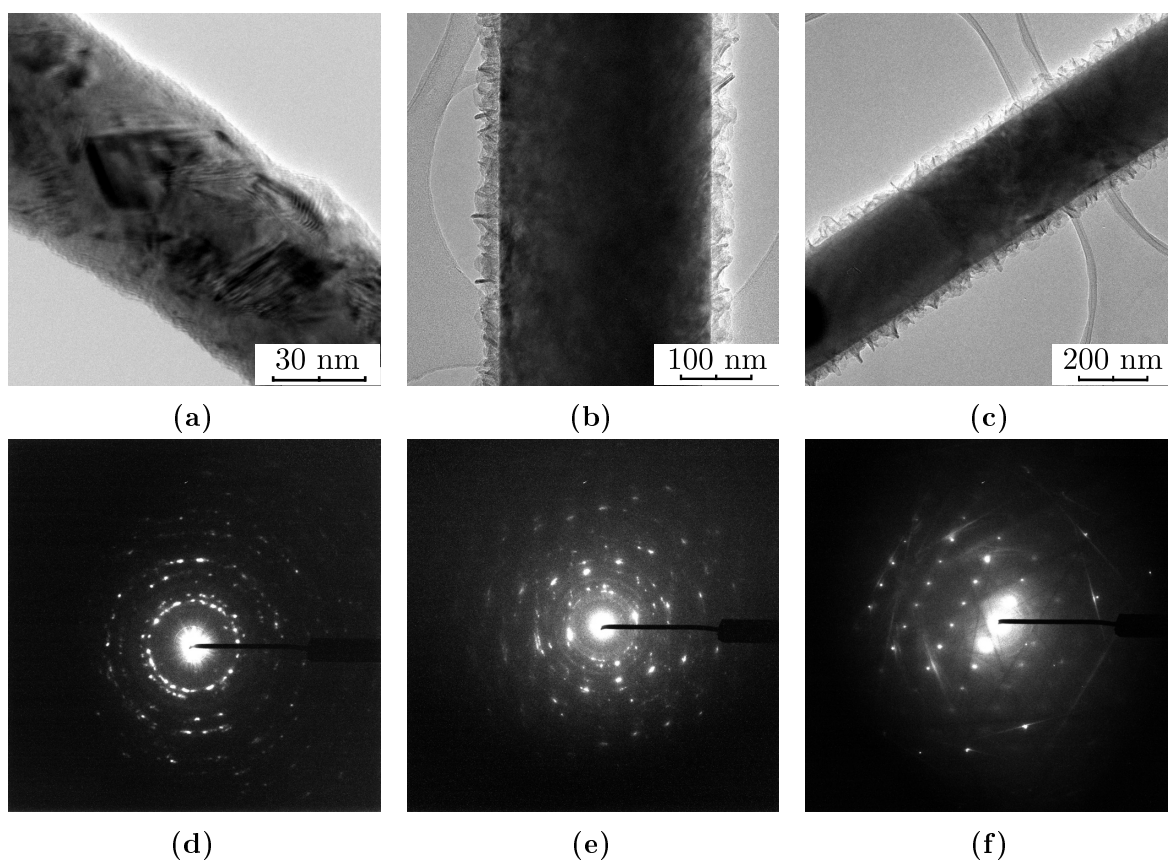
Měření probíhalo dle metodiky experimentu (kapitola 3.2), přičemž bylo nutné dbát na dobré srovnání měřeného NW ve směru magnetického pole ($\pm 5^\circ$). Zkoumané byly NW: žíhaná a prostá² $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$, prostá $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ a prostá $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ s ochrannou vrstvou SiO_2 .

Požadovaným výsledkem experimentů byla charakterizace průměrného odepínacího pole DW v NW z konkrétního materiálu. Odepínací pole doménových stěn v NW je nehomogenní, a proto bylo využito kumulativního statistického souboru. Experimenty se prováděly na vícero různých NW z každé vyrobené membrány, přičemž jednotlivá NW byla většinou i opakovaně demagnetizována a vícekrát měřena. Opakované měření jednotlivých NW sice zvyšuje význam případných odchylek měřeného NW od celku, ale

²Prostým NW je myšleno NW vytvořeno standardním postupem bez dodatečné úpravy po naplnění matrice magnetickým materiálem.

může prokázat, zda při opakované demagnetizaci NW prokazuje DW konstantní chování. Opakovaným měřením bylo zjištěno, že se v NW nachází oblasti s velmi vysokou pravděpodobností výskytu doménových stěn po demagnetizaci. DW v těchto lokacích vykazovaly vždy podobné odepínací pole. Tato stabilita magnetické konfigurace NW při opakované demagnetizaci je zásadní pro případné praktické aplikace v logických obvodech nebo magnetických úložištích.

Jednotlivé pohyby doménových stěn vlivem použitého magnetického pole byly při vyhodnocování zaznamenávány jako odepínací události do histogramu pro daný typ NW (obrázek 3.8a). Proložení histogramu událostí Gaussovou křivkou nám v místě maxima definuje průměrné odepínací pole daného typu NW.



Obrázek 3.9: Snímky magnetických NW z transmisního elektronového mikroskopu JEOL JEM-2010 v prozařovacím módu (a-c) a difrakčním módu (d-f). Snímky NW $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$ deponovaného při řízeném $\text{pH} = 1,5$ (a, d), $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ prostého (b, e) a $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ žíhaného při 500°C po dobu 30 minut. Na snímcích (b) a (c) je pozorovatelná vytvořená amorfní vrstva z procesu uvolňování NW z mateřské membrány, která se zřejmě díky odlišnému pH při výrobě NW (a) nevytvořila. Existence kruhových difrakčních obrazců ve snímcích (d) a (e) značí vysokou míru polykrystalinity. Obraz (f) pak vykazuje bodovou difrakci, což je známkou výrazně větších zrn, které se zformovaly žíháním. Autor snímků Michael Schöbitz, upraveno.

Naměřené hodnoty průměrných odepínacích polí byly vyneseny v závislosti na obsahu Co v NW (obrázek 3.8b)³. V grafu je pozorovatelný trend lineární závislosti zmen-

³Část dat naměřil Michael Schöbitz v rámci připravované studie [29].

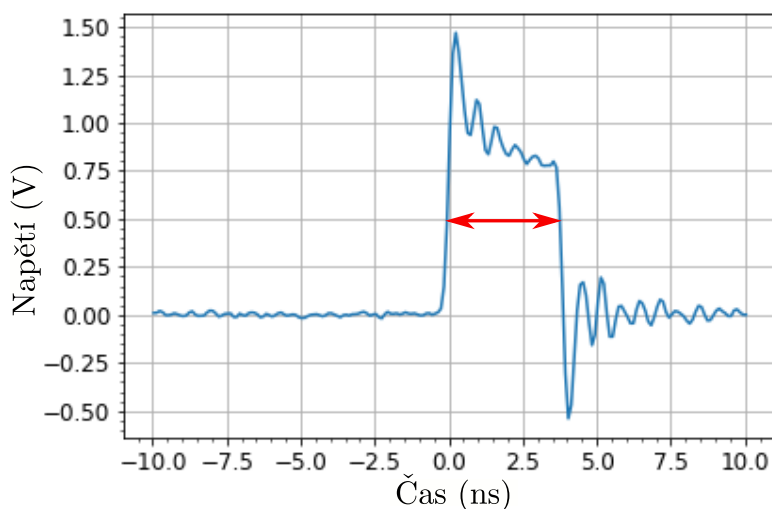
šujícího se odepínacího pole na zvyšujícím se podílu Co v $\text{Co}_x\text{Ni}_{(100-x)}$ prostých NW. Náznak tohoto trendu lze pozorovat i v případě žíhaných NW.

Data (obrázek 3.8b) ukazují snížení průměrného odepínacího pole pro NW tvořená při regulovaném $\text{pH} = 1,5$ a naopak zvýšení u žíhaných NW. Zvýšení u žíhaných NW je také prokázáno v případě $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ NW. Tento jev se zdá být vysvětlitelným korelací mezi velikostí průměrného odepínacího pole a velikostí krystalických zrn materiálu v NW (obrázek 3.9). Žíhání způsobuje zvětšení jednotlivých zrn, zatímco při nižším pH dochází k tvorbě drobnějších zrn.

Pro lepší porozumění vlivu velikosti krystalových zrn na odepínacím poli bude nutné provést další měření a rozšířit tak soubor charakteristik NW rozdílného chemického složení. Také by bylo vhodné zmapovat, kde přesně dochází k přichytávání doménových stěn vůči jednotlivým zrnům NW. K tomuto účelu však chybí vhodná dostupná experimentální technika. Nový vhled do této problematiky by mohla přinést vyvíjená korelovaná MFM-SEM s použitím difrakce zpětně odražených elektronů (*Electron Back Scattered Diffraction* – EBSD).

3.4 Experimenty s elektrickým proudem

V proudových experimentech byla využita externí elektrická sestava⁴. Sestava byla složena z vysokofrekvenčního osciloskopu a rychlého generátoru pulzů, mezi kterými byl připojen vzorek (obrázek 3.4b). Používány byly dva generátory a to digitální Agi-



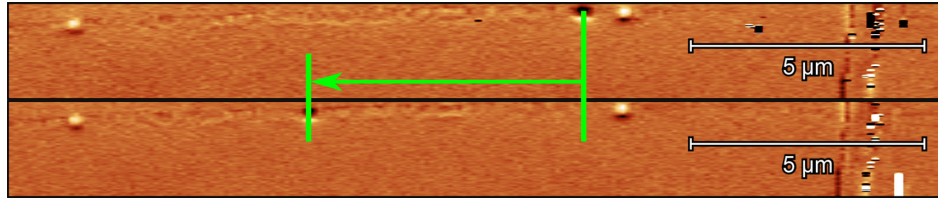
Obrázek 3.10: Elektrický pulz prošlý NW z Kentech Instruments pulsového generátoru se zvýrazněním délky pulzu jako doba mezi vzrůstovou a poklesovou hranou (červená šipka). V grafu je vidět zřetelný dozvuk pulzu v oblasti nad 4 ns. Vznik dozvuků se ukázal jako velmi častý u pulzů kratších než 5 ns.

lent HP8114a schopný posílat pulzy do 9 ns a analogový pulsový generátor Kentech Instruments s plynule nastavitelnou amplitudou a dobou pulzu od 0,2 ns. Elektrické propojení zajišťoval systém vysokofrekvenčních koaxiálních kabelů se zesíleným stíněním. Aby v systému nedocházelo k odrazům proudových pulzů na součástkách, byl

⁴Navrženo magnetickou skupinou na SPINTEC a Néelově Institutu pod vedením Olivera Frucharta.

při návrhu sestavy kladen vysoký důraz na nízkou a homogenní impedanci celého systému. K odrazům však i přes veškeré snahy u nejkratších pulzů (< 3 ns) docházelo (obrázek 3.10).

Vzorek byl do mikroskopu vkládán na speciálním držáku, který obsahoval rohové U.FL konektory pro spojení s elektrickou sestavou. Elektrický kontakt mezi konektory na držáku a zlatými kontakty nanovláknů byl zajištěn vícečetným vytvořením stříbrných mikrospojů pomocí ultrazvukového mikrobondovacího zařízení.

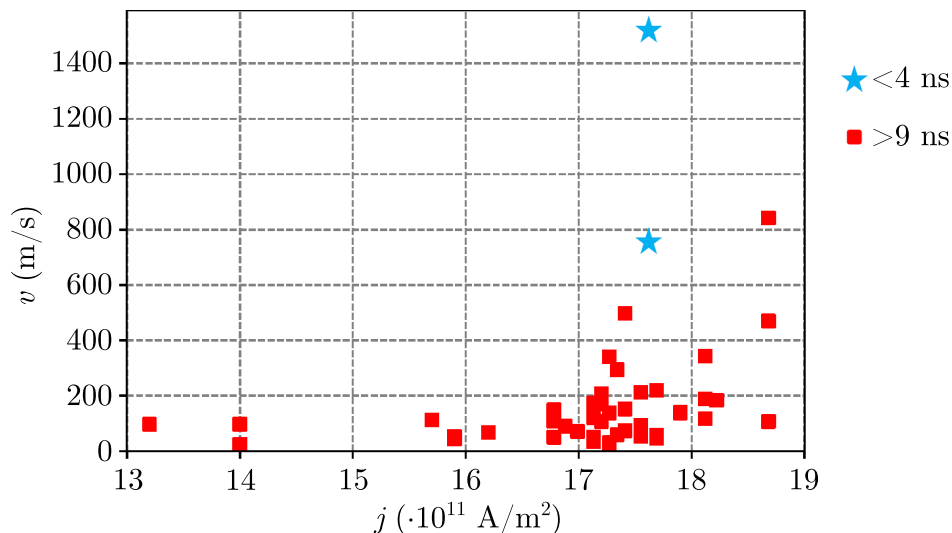


Obrázek 3.11: Snímky před a po aplikování 2,4 ns elektrického pulzu s proudovou hustotou $j = 5.3 \cdot 10^{12}$ A/m². Na snímcích je zvýrazněný směr a vzdálenost pohybu vlivem pulzu. Tento snímek zachycuje v Grenoblu nejrychleji zaznamenaný pohyb DW v Co_xNi_(100-x) nanovlákněch.

Oproti experimentům s magnetickým polem probíhaly proudové MFM experimenty pouze na prostých Co₃₀Ni₇₀ NW. Během experimentu bylo prováděno posílání různých vysokých a dlouhých elektrických pulzů s různou polaritou. Většinou se začínalo na nižších hodnotách proudové hustoty a postupně byly pulzy zesilovány. Výsledkem takto prováděných experimentů byla rychlost pohybu DW. Postupnou změnou délky pulzu, bylo možné charakterizovat efekt elektrických pulzů na DW podle použité proudové hustoty a délky pulzu. Rychlost pohybu DW byla počítána jako průměrná rychlost po dobu trvání pulzu na vzdálenosti mezi lokací DW před a po aplikování pulzu (obrázek 3.11). Doba trvání elektrického pulzu byla vždy odečtena na osciloskopu jako doba mezi středy vzrůstové a poklesové hrany pulzu (obrázek 3.10).

Nejprve byly NW měřeny při působení delších (> 9 ns) elektrických pulzů z generátoru Agilent. Výsledky měření vykazovaly první mobility DW při aplikování proudové hustoty nad $j = 1.3 \cdot 10^{12}$ A/m², kdy se převážně jednalo o anihilační proces dvou k sobě blízkých DW. Při vyšší proudové hustotě bylo dosaženo rychlostí až okolo 800 m/s (obrázek 3.12). Vzhledem k způsobu výpočtu průměrné rychlosti pohybu DW, použité délce pulzů a výsledkům ostatních skupin [11, 37, 43], panovalo silné podezření, že rychlost pohybu DW je ve skutečnosti vyšší. Pohybují-li se DW vyšší rychlostí, musí zákonitě docházet k ulpívání DW v průběhu pohybu na připínovacích místech, což by znamenalo že se DW nepohybují po dobu celého pulzu. První výsledky pohybů DW při použití rychlejšího generátoru Kentech, prokázaly až dvojnásobnou rychlost pohybu oproti předchozím výsledkům s generátorem Agilent (obrázek 3.12). Pro zaznamenání vysokých rychlostí DW je také potřeba dostatečná vzdálenost mezi připínovacími místy nanovláknů, která značně omezuje dráhu pohybu⁵. Důsledkem krátkých pohybových drah DW je větší výskyt pohybových událostí v oblasti do 200 m/s při delších pulzech (> 9 ns) a do 400 m/s při kratších pulzech (< 6 ns).

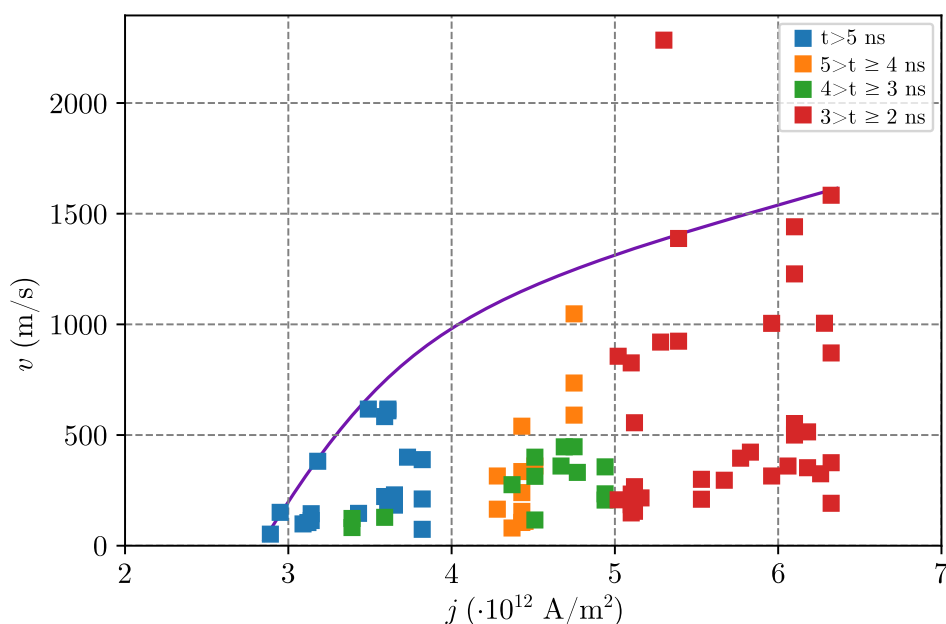
⁵Při rychlosti 1 km/s DW urazí během 1 ns vzdálenost 1 μm.



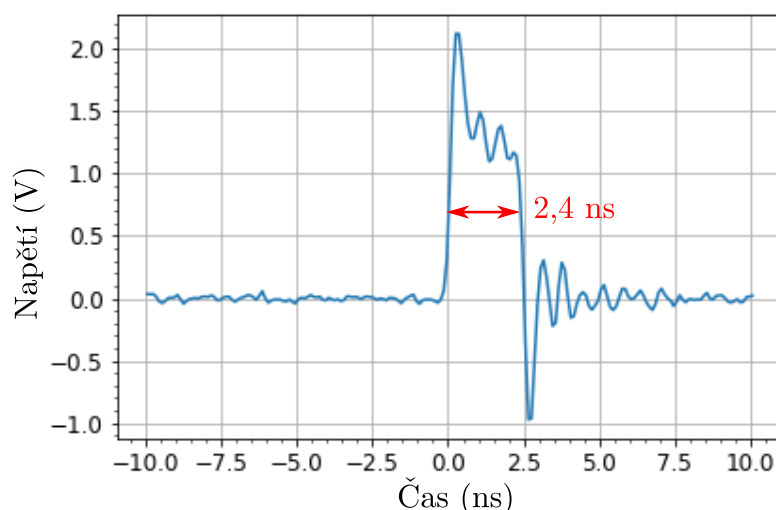
Obrázek 3.12: Rychlost doménových stěn v vůči proudové hustotě j použitého elektrického pulzu. Zaznamenané pohybové události jsou rozdělené podle doby použitých pulzů, kdy červené čtverce značí pohyby hnané pomalejším generátorem Agilent s dobou nad 9 ns a modré hvězdy označují první výsledky z použití 3,6 ns pulzů z generátoru Kentech.

Pro zdokumentování zastavování DW podél vlákna během pohybu, bylo provedeno velké množství měření (obrázek 3.13). Z dat lze vypočítat jasný trend vyšších pohybových rychlostí DW (zvýrazněno fialovou křivkou), při použití kratších proudových pulzů. Trend naznačuje možný vliv spin-Čerenkova brzděného jevu nad 1 km/s (kapitola 1.3.3). Pro potvrzení prozatím chybí magnetické simulace a není dostatek pozorovaných událostí (převážně v regionu okolo 4 ns). Zajímavým zjištěním byla nutnost zvyšovat proudovou hustotu pulzu pro vyvolání pohybu DW s kratšími pulzy. Kvůli zvyšování prahové proudové hustoty neexistují data o pohybu pro pulzy kratší než 2 ns, jelikož generátor nebyl již dostatečně výkonný.

Měřením bylo prokázáno, že DW dosahují v NW běžně rychlostí nad 1 km/s. Významnou zaznamenanou událostí je osamocený vrchní datový bod s rychlostí přes 2 km/s (budící pulz na obrázku 3.14 a záznam pohybu na obrázku 3.11). V oboru prostých $\text{Co}_x\text{Ni}_{(100-x)}$ nanovláken je takto vysoká rychlost, v době psaní této práce, zatím nezdokumentovaná. Dříve publikované výsledky reportovaly rychlosti okolo 600 m/s [30].



Obrázek 3.13: Pohybové události DW v prostém $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ NW vynesené dle naměřené rychlosti pohybu v a proudové hustotě j použitého proudového pulzu. Události jsou rozděleny do čtyř intervalů podle délky použitého proudového pulzu a to v rozmezí (2–6,5) ns. Pro vyvolání kratších pulzů než 2 ns nedostačoval výkon pulsového generátoru. Fialová linie slouží jako vodítko pro naznačení obecného trendu navyšování potřebné hustoty při kratších pulzech. Data naznačují možný vliv spin-Cherenkova brzdného jevu (kapitola 1.3.3), avšak pro potvrzení prozatím chybí magnetické simulace a není dostatek pozorovaných událostí (převážně v regionu okolo 4 ns).



Obrázek 3.14: Proudový pulz o délce 2,4 ns a proudové hustotě $j = 5.3 \cdot 10^{12} \text{ A/m}^2$ detekovaný po průchodu nanovláknem, který způsobil rekordně rychlý pohyb DW. V pulzu je pozorovatelný velmi silný dozvuk vlivem odrazů pulzu v elektrickém obvodu.

4. Vývoj korelované magnetické silové a elektronové mikroskopie

Minulá kapitola obsahovala ukázkou výzkumu v oblasti magnetických nanomateriálů a byly v ní ukázány limitující překážky pro další studium. Tyto i mnohé další překážky ve výzkumu magnetických materiálů může překonat korelovaná MFM-SEM. Ta se řadí do technik CPEM a spočívá v současném použití MFM spolu s analytickými nástroji elektronové mikroskopie. Tato kapitola obsahuje popis zařízení LiteScope™, na kterém byl proveden vývoj a byly demonstrovány výsledky uvedené magnetické techniky.

4.1 LiteScope

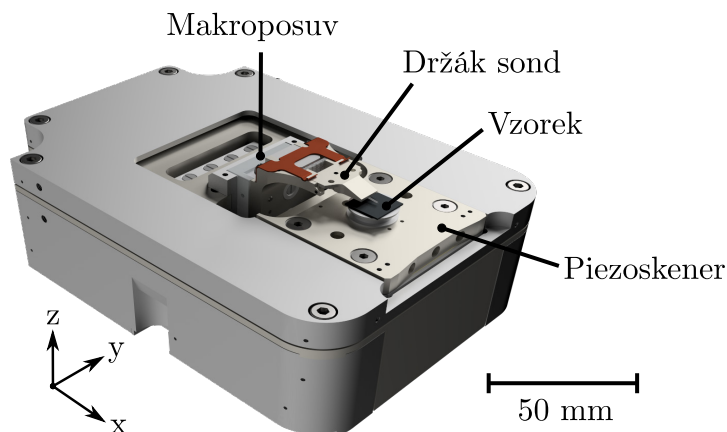
Mikroskop LiteScope™ je kompaktní SPM mikroskop od brněnské firmy NenoVision [72]. Konstrukce mikroskopu umožňuje jeho použití na vzduchu, v kontrolované atmosféře nebo ve vakuu. Mikroskop je určen pro použití v kombinaci s technikou SEM a měření techniky CPEM (kapitola 2.5). Mikroskop se skládá z měřicí hlavy, kontrolní elektroniky a vlastního ovládacího softwaru.

Měřicí hlava obsahuje rychlý makro posuv, plug&play systém pro zakládání držáku na samosnímací sondy a přesný piezoelektrický skener, na který jsou upevňovány analyzované vzorky (obrázek 4.1). Rozsah (xyz) mikroskopu umožňuje makroskopický posuv $21\text{ mm} \times 12\text{ mm} \times 12\text{ mm}$ s přesností $1\text{ }\mu\text{m}$, analyzování vzorku o velikosti až $21\text{ mm} \times 11\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ a skenování oblastí v rozsahu $100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ s maximální přesností $0,2\text{ nm} \times 0,2\text{ nm} \times 0,04\text{ nm}$.

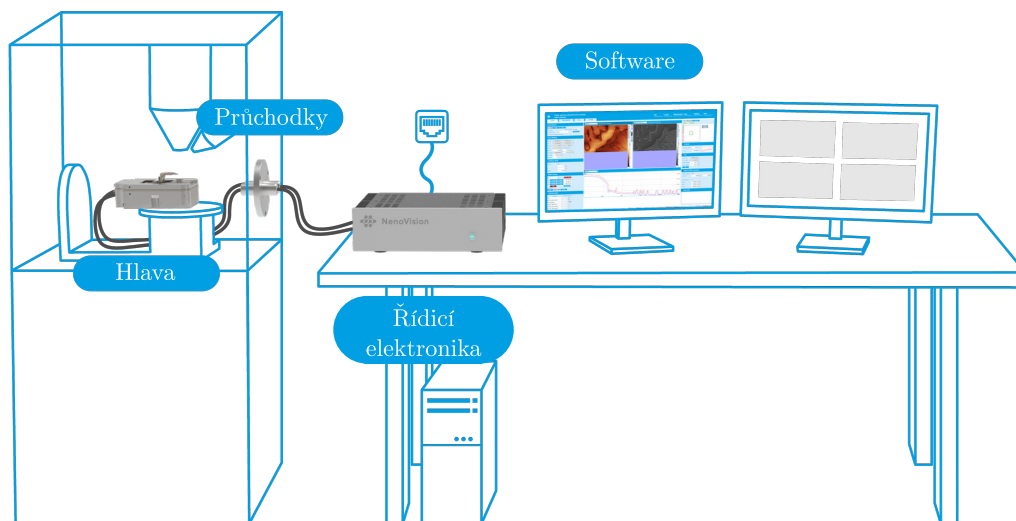
Hlava mikroskopu je umísťována přímo do vakuové komory SEM mikroskopu, kde může být provozována ve vakuových podmínkách samostatně nebo v kombinaci se SEM. Hlava je z vakuové komory propojena párem elektronických průchodůk s řídicí elektronikou. Řídicí elektronika slouží k napájení a komunikaci s hlavou mikroskopu, obsahuje datové úložiště a také obsahuje mikropočítač na kterém přímo běží ovládací software mikroskopu. Ovládání softwaru je prováděno přes webové rozhraní v prohlížeči kontrolního počítače pro elektronový mikroskop, nebo na jiném zařízení připojeném k místní internetové síti (obrázek 4.2).

Software umožňuje kontrolu nad měřením mikroskopem LiteScope, ukládání naměřených SPM i SEM dat do datového úložiště a umožňuje provádět rychlou obrazovou korelaci snímků SPM a SEM zaznamenaných technikou CPEM.

S mikroskopem LiteScope jsou běžně prováděna korelativní topografická [67], elek-



Obrázek 4.1: Měřicí hlava mikroskopu LiteScope™. S laskavým svolením firmy Neno-Vision s.r.o.



Obrázek 4.2: Schéma zapojení systému mikroskopu LiteScope™ do systému elektro-nového mikroskopu. Převzato a upraveno z [66].

trická a mechanická měření, avšak prozatím chybí schopnost měření magnetických sil.

4.2 Výroba sond

Během vývoje nebyly komerčně dostupné magneticky citlivé samosnímací SPM sondy. Proto bylo nutné navrhnout postup jejich výroby a sondy také vyrobit.

Při výrobě magnetických sond se vycházelo ze standardně používaných samosnímacích sond Akiyama [73] a PRSA [74] pro měření topografie. Předchozí pokusy vytvořit MFM sondy byly provedeny metodou plošného naprašování kobaltu s využitím fyzických apertur v blízkosti hrotu [75]. Řešení s plošnou depozicí se ukázalo jako nevhodné, jelikož vždy došlo k nanesení kobaltové vrstvy i přes elektrické kontakty sondy a tím k jejímu zkratování. Pro tuto práci byla proto použita lokální depozice kobaltu s použitím techniky FEBID.

Výroba magnetických sond technikou FEBID už byla jinou výzkumnou skupinou publikována dříve [76]. Výzkumný tým také využil Akiyama sond, ale originální hrot depozicí kobaltu téměř zakryl a poté vyrobil z několika vrstev nový hrot. Tento přístup snižuje reprodukovatelnost výroby.

Primárním záměrem v této práci bylo pomocí techniky FEBID deponovat tenké vrstvy na originální ostré hroty sond. Tímto přístupem by měla být zajištěna vysoká reprodukovatelnost výroby magnetických hrotů. Požadavkem na výrobu je kromě reprodukovatelnosti i vytvoření magnetické vrstvy na hrotu, jejíž snadná osa bude směřovat v ose hrotu (při měření kolmo na vzorek). Předpokládá se, že v sondě by tak mělo docházet v této ose ke spontánní magnetizaci. Směr a úroveň magnetizace lze také ovlivnit demagnetizací hrotu silným magnetem před MFM měřením.

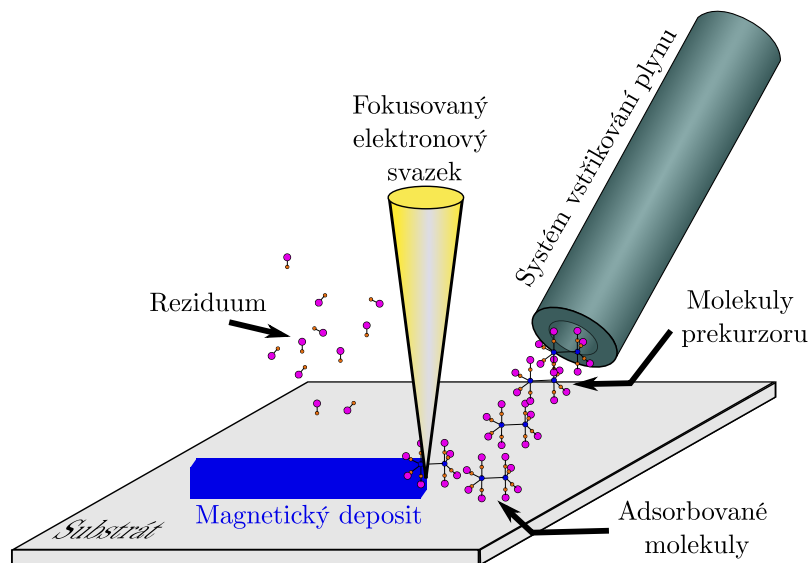
Pro lepší definovanost magnetizace hrotů, byla také otestována varianta sond s přidaným nanopilířem na špičce. Nanopilíř sice zakryje originální hrot, ale díky použití bodové depozice se očekává dobrá reprodukovatelnost. U magnetických sond s nanopilíři bylo dříve pozorováno [27] přetáčení magnetizace vlivem působení magnetického pole vzorku. Použití tenké vrstvy pod nanopilířem bude u našich sond sloužit jako „magnetický rezervoár“, který bude magnetizaci nanopilíře stabilizovat a zabráni přetáčení [77].

Studie [78] ukázaly, že kobaltové depozity vlivem oxidace postupem času přestávají vykazovat feromagnetické chování. Stejně studie také ukázaly, že je možné oxidaci zpomalit uskladněním kobaltových depozitů ve vakuu nebo jí zabránit zakrytím kobaltového depozitu tenkou (1 nm–3 nm) ochrannou vrstvou platiny, uhlíku, SiO₂, či jejich kombinace.

4.2.1 Depozice fokusovaným elektronovým svazkem

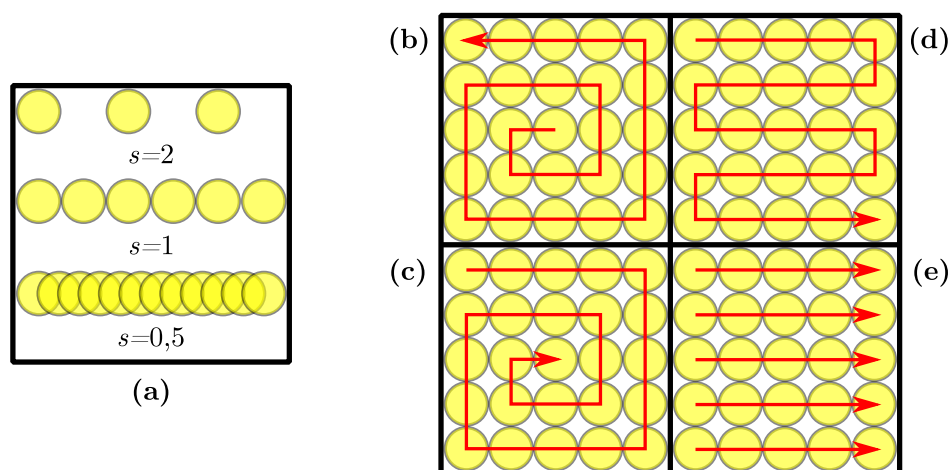
Metoda FEBID [28, 79] využívá mikroskop SEM s přidaným modulem pro lokální vstříkování plynu (*Gas Injection System* – GIS) [80]. GIS je složen ze zásobníkového prostoru a trubičkového vedení zakončeného úzkou tryskou, kterou je přiváděn plyn ze zásobníku na vzorek. Zdrojem plynu je obvykle organokovový prekursor uložený v zásobnících GIS. Prekursor pro depozici kovů je organokovový prášek, kde je v organické molekule slabě vázán kovový atom [28]. Princip metody spočívá v rozkladu prekursorového plynu na povrchu vzorku působením SE buzených primárním elektronovým svazkem. Při rozkladu dochází v prekursorovém plynu ke zničení slabých vazeb s kovovými atomy, které ulpívají na vzorku. Plynné organické zbytky jsou od vzorku odvedeny vakuovým systémem (obrázek 4.3). Vlivem elektronů také dochází k částečnému rozkladu organické části molekuly prekursoru. Uvolněné atomy uhlíku a kyslíku jsou pak částečně vázány do vznikajícího depozitu, čímž ovlivňují výsledné chemické složení vznikající struktury. Protože rozklad vazeb prekursorů obecně závisí na proudu a energii primárního svazku, je na nich také závislá i rychlost a složení depozitu [81, 82].

Depozice jsou většinou řízeny řídicím softwarem mikroskopu SEM, který ovládá pohyb elektronového svazku po nastavené oblasti depozice na vzorku. Plocha je elektronovým svazkem ozařována po jednotlivých pixelech o velikosti stopy svazku. Pixely jsou od sebe vzdáleny o *rozteč* s , kde $s = 1$ znamená pixely přesně vedle sebe a $s = 0$



Obrázek 4.3: Schéma principu metody indukované depozice fokusovaným elektronovým svazkem se systémem vstřikování plynu. Plyn prekurzoru je přiváděn tryskou ke vzorku, kde dochází vlivem elektronového svazku k jeho rozkladu. Při rozkladu dojde k ulpění části atomů z plynu na povrchu a přebytečné molekuly plynu jsou odčerpány vakuovým systémem komory SEM. Převzato a upraveno z [82].

znamená úplný překryv pixelů (obrázek 4.4a). Elektronový svazek prochází pixely plochy podle *depoziční strategie*, kdy standardní strategie jsou depozice po spirále, nebo po řádcích. U spirály se používá osvit zevnitř ven, nebo naopak (obrázek 4.4b, c). U řádkové strategie se používá strategie „cik-cak“ nebo jednosměrná depozice (obrázek 4.4d, e). Rychlost rastrování je určena prodlevou (dobou setrvání) t_d svazku v každém pixelu.



Obrázek 4.4: Poloha sousedních pixelů depozice o průměru stopy elektronového svazku v závislosti na použité rozteči s (a). Běžně používané depoziční strategie po spirále ven (b), po spirále dovnitř (c), „cik-cak“ (d) a jednosměrná (e). Převzato a upraveno [83].

Pro tuto práci jsou podstatné prekurzory zanechávající feromagnetický materiál a prekurzory pro tvorbu ochranných vrstev.

K výrobě feromagnetických depozitů pomocí FEBID se často používají komerčně do-

stupné prekurzory $\text{Fe}(\text{CO})_5$ (pro depozici železa) a $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ (k depozici kobaltu) [82]. Tyto prekurzory lze používat samostatně, nebo s použitím dvou trysek i kombinovaně pro tvorbu FeCo slitin, které umožňují lepší variabilitu magnetických vlastností vytvářených struktur. Studie z posledních let ukázaly možnost vytvoření prekurzoru pro přímou depozici slitiny FeCo, což samotnou depozici výrazně ulehčuje [78]. Tento prekurzor však není prozatím komerčně prodáván. Vzhledem pouze k dřívějším zkušenostem v laboratořích CEITEC Nano, byl pro výrobu magnetických sond zvolen kobaltový prekurzor $\text{Co}_2(\text{CO})_8$. Pro tvorbu ochranných vrstev bylo využito prekurzorů zanechávající Pt a SiO_2 depozity, které jsou přítomné v používaném systému GIS.

4.2.2 Depozice kobaltu

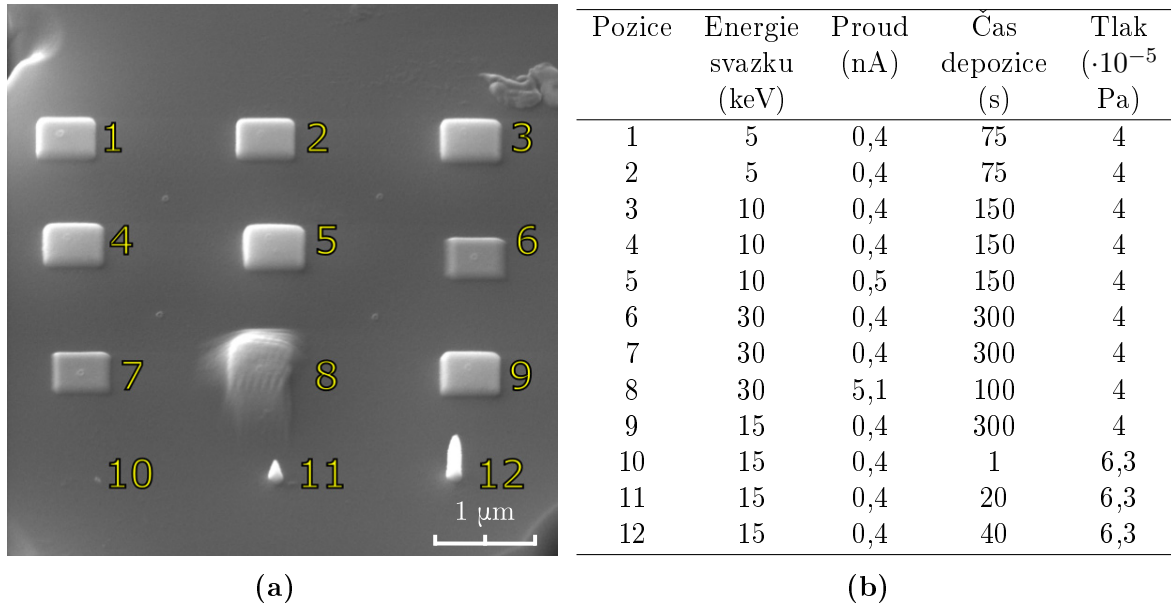
Z dostupné literatury vyplývá, že konfigurace elektronového svazku (energie a proud svazku) se jeví jako stěžejní v otázce čistoty získaných depozitů (tabulka 4.1) [84]. Při různých depozičních proudech bylo prokázáno, že nedochází pouze ke změně koncentrace kobaltu v depozitu, ale také k vzniku rozdílné vnitřní struktury. Při velkých proudech svazku dochází k depozici vysoce čistého kobaltu ($> 96\%$), který je formován ve formě velkých nanokrystalů. Nízkými proudy je docíleno zisku depozitu s nižším obsahem kobaltu ($< 80\%$) při vzniku drobných (5 nm–7 nm) nanokrystalů uložených v amorfnní uhlíkové matici [85]. Z toho vyplývá, že lze do jisté míry ovlivňovat „polykrystalinitu“ vzniklého depozitu, což může mít vliv na možnou orientaci magnetizace hrotu. Dá se tedy předpokládat, že magnetické vlastnosti vyrobených sond budou záviset právě na vnitřní struktuře, chemickém složení a makroskopickém tvaru depozitu na hrotu sondy [86].

Tabulka 4.1: Obsah uhlíku, kyslíku a kobaltu v depozitech vytvořených metodou FE-BID při různých konfiguracích depozičního svazku. Stanoveno metodou EDX. Převzato a upraveno [84].

Energie svazku (keV)	Proud svazku (nA)	% C (atomárních)	% O (atomárních)	% Co (atomárních)
5	1,6	$13,1 \pm 1,7$	$3,7 \pm 0,7$	$83,2 \pm 1,0$
5	0,4	$15,1 \pm 0,3$	$2,0 \pm 0,2$	$82,9 \pm 0,5$
5	6,3	$7,2 \pm 1,0$	$1,4 \pm 0,4$	$91,4 \pm 0,6$
10	0,1	$8,8 \pm 0,2$	$10,3 \pm 0,2$	$80,9 \pm 0,2$
10	0,5	$5,4 \pm 1,1$	$2,7 \pm 0,7$	$91,9 \pm 1,8$
10	2,1	$3,8 \pm 0,9$	$1,4 \pm 0,7$	$94,8 \pm 1,5$
10	8,4	$5,2 \pm 0,1$	$1,2 \pm 0,2$	$93,6 \pm 0,3$
18	9,2	$9,3 \pm 0,6$	$2,4 \pm 0,3$	$88,3 \pm 0,7$
30	0,2	$19,2 \pm 0,5$	$19,3 \pm 0,2$	$61,5 \pm 0,5$
30	9,5	$3,2 \pm 0,2$	$0,2 \pm 0,1$	$96,6 \pm 0,4$

Depozicím kobaltu už bylo věnováno několik studií přímo na CEITEC VUT, například práce O. Vyroubala [83]. Uvedená práce byla provedena na stejném systému TESCAN LYRA3, který by využíván i v rámci této práce. Bylo tak možné na uvedené výsledky přímo navázat. V dřívějších pracích se nevěnovala pozornost rychlosti depo-

zice, která je potřebná pro tvorbu tenkých magnetických vrstev o definované tloušťce. Proto byly před samotnými depozicemi kobaltu na hroty AFM sond stanoveny depoziční rychlosti pro vybrané nastavení svazku. Veškeré depozice probíhaly při udržování GIS zásobníku, kapiláry a trysky na teplotách 30 °C, 35 °C a 37 °C, běžně používaných na mikroskopu TESCAN LYRA3 v CEITEC Nano. Pro testování rychlosti růstu depositu bylo navrženo pole dvanácti zkušebních struktur (obrázek 4.5) na krystalickém křemíku Si(100). Depoziční parametry struktur byly zvoleny dle literatury [83,84]. Pole

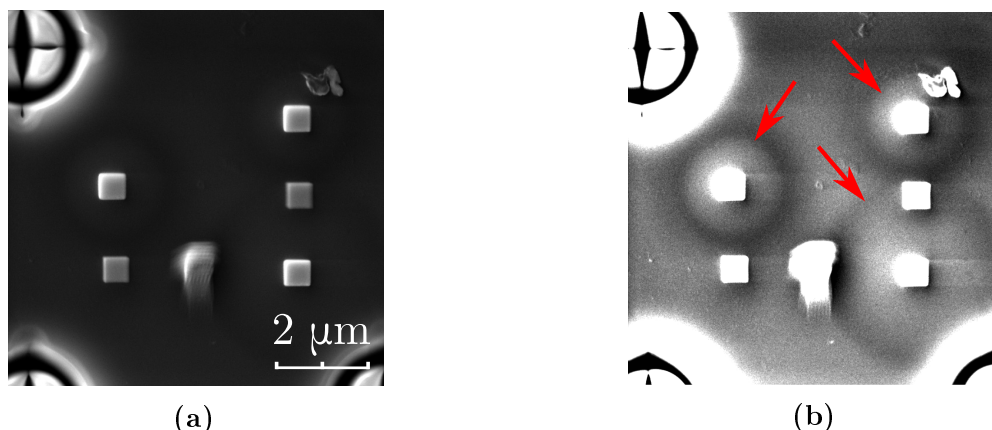


Obrázek 4.5: (a) Testovací čtvercové a bodové kobaltové struktury připravené metodou FEBID při pohledu pod úhlem 45°. (b) Jednotlivé struktury byly připraveny při různých depozičních parametrech strategií cik-cak, roztečí $s = 0,7$, a prodlevou $t_d = 1 \mu s$ podle výsledků v [83].

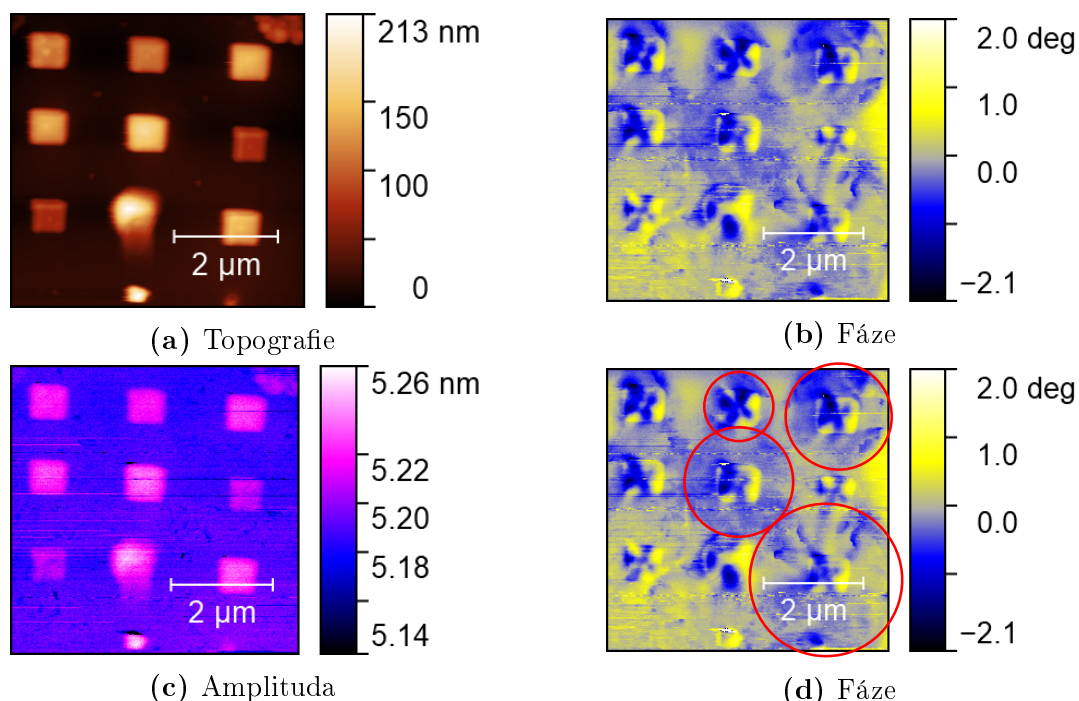
obsahuje devět čtvercových struktur o plánovaném půdorysu $(500 \times 500) \text{ nm}^2$ a tří bodových depozic. Protože je kobalt deponován vlivem velmi pomalých SE ($< 2 \text{ eV}$) a také se samovolně rozpadá v teplotním rozsahu $(20 - 80) ^\circ\text{C}$ [87], je vysoká pravděpodobnost parazitního depositu mimo stopu svazku. Parazitní depozici lze pozorovat v SEM snímku (obrázek 4.6), v podobě vytvoření kruhů o poloměru odpovídajícímu příslušné elektronové penetrační vzdálenosti v křemíku [88].

Vytvořené testovací pole bylo podrobeno MFM měření (obrázek 4.7) na mikroskopu Dimension Icon s využitím komerčně zakoupených magnetických sond MESP-V2. Při měření byla zaznamenána v prvním průchodu topografie (obrázek 4.7a) a v druhém průchodu změny fáze (obrázek 4.7b) i změny amplitudy (obrázek 4.7c), které odpovídají magnetické silové interakci. Mapa fáze ukázala jednotlivé DW standardního čtyř doménového uskupení, které je charakteristické pro čtvercové feromagnetické nanostruktury (obrázek 4.8).

V okolí některých struktur je ve fázovém magnetickém signálu také viditelný kruhový magnetický signál (obrázek 4.7d) o poloměrech totožných s kruhovými strukturami na obrázku 4.6. V těchto oblastech došlo k parazitní depozici kobaltu. Záznam amplitudy, která nemá takovou magnetickou citlivost jako fázový signál, rozlišil pouze



Obrázek 4.6: Obrázek sekundárních elektronů ze SEM (a) a stejná oblast se zvýšeným kontrastem (b). Ve snímku lze pozorovat parazitně deponované kruhy vzniklé při depozici čtvercových struktur (označeno šipkami). Kruhy jsou o poloměru odpovídajícímu příslušné elektronové penetrační vzdálenosti v křemíku [88].

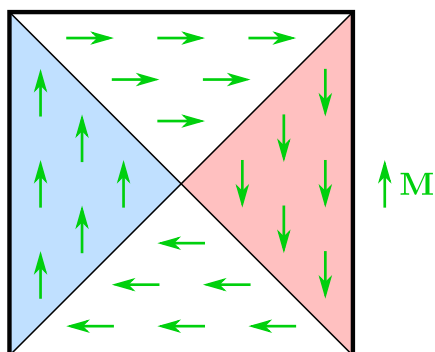


Obrázek 4.7: (a-c) Měření kobaltových struktur připravených pomocí FEBID. (d) Fázový obrázek se zvýrazněnými kruhovými oblastmi v okolí deponovaných struktur. Měřeno na SPM mikroskopu Dimension ICON magnetickou sondou MESP-V2.

oblasti s výrazným magnetickým působením. Výšky depozitů byly změřeny jako střední hodnoty jednotlivých struktur a s použitými depozičními parametry jsou shrnuty v tabulce 4.2.

Ze získaných informací o výšce a známé ploše struktur bylo možné stanovit depoziční (objemovou) a růstovou (bodovou) rychlost kobaltových depozitů (tabulka 4.3). Bylo zjištěno, že depoziční rychlost klesá s narůstající energií svazku, což je ve shodě s menší emisí SE u svazků s vyšší energií. Vzhledem k publikovaným studiím reportujícím vyšší obsah kobaltu při depozici méně energetickým svazkem, byly další depozice primárně

prováděny růstem pomocí energie svazku do 15 keV.



Obrázek 4.8: Schéma čtyřdoménového uspořádání čtvercové feromagnetické struktury. Struktura vzniká kvůli minimalizaci výměnné a dipolární energie.

Tabulka 4.2: Výšky jednotlivých deponovaných struktur vytvořených deponováním $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ technikou FEBID.

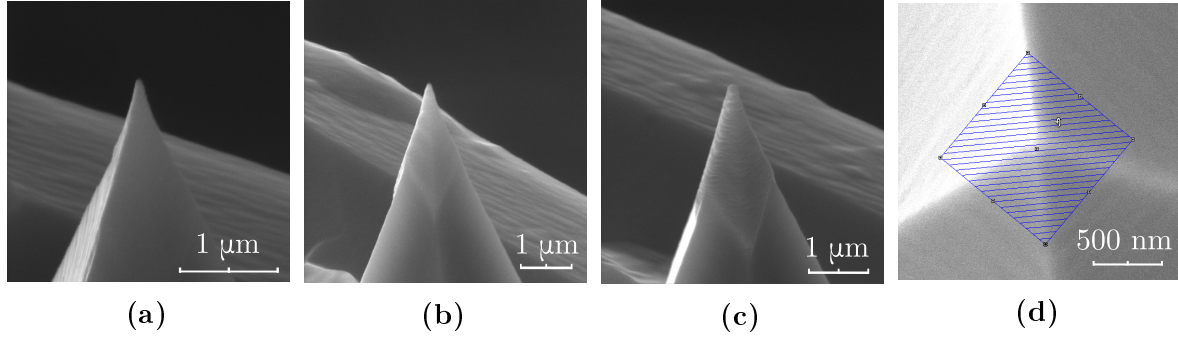
Pozice	Energie svazku (keV)	Proud (nA)	Čas depozice (s)	Výška (nm)
1	5	0,4	75	112
2	5	0,4	75	108
3	10	0,4	150	126
4	10	0,4	150	123
5	10	0,5	150	153
6	30	0,4	300	59
7	30	0,4	300	61
8	30	5,1	100	181
9	15	0,4	300	114
10	15	0,4	1	10
11	15	0,4	20	186

Tabulka 4.3: Depoziční (objemová) a růstové (bodová) rychlosti kobaltových depozitů pro vybrané konfigurace elektronového svazku stanovených depozicí na Si(001) substrátu.

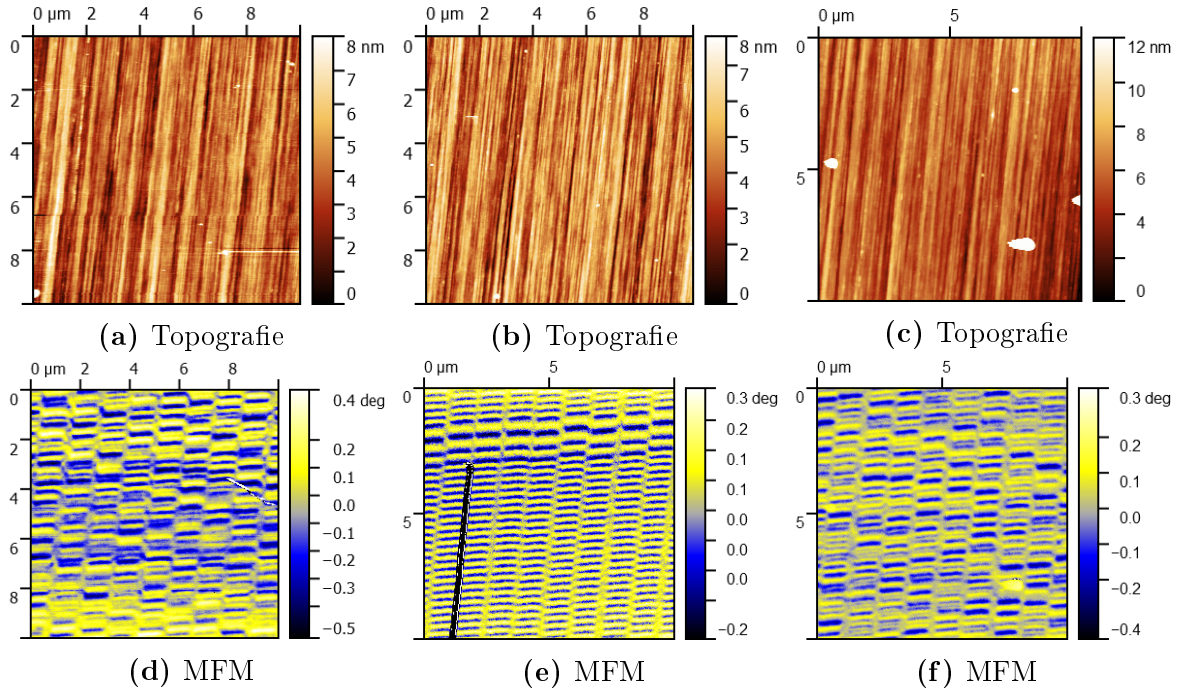
Energie svazku (keV)	Proud (nA)	Rychlost depozice (nm^3/ms)	Rychlost růstu (nm/s)
5	0,4	489	
10	0,4	274	
15	0,4	125	
30	0,4	49	
15	0,4		9,4

4.2.3 Test funkčnosti depoziční strategie

Před výrobou samosnímacích sond byla funkčnost výroby MFM sond depozicí tenkých vrstev otestována na již stabilním a funkčním MFM zařízení. Pro testy byl zvolen mikroskop Dimension ICON od firmy Bruker a jako základ pro výrobu sond byly použity komerčně dostupné křemíkové AFM sondy FMG01, od firmy NT-MDT s rezonanční



Obrázek 4.9: (a-c) Snímky křemíkových hrotů sond NT-MDT FMG01 s různou tloušťkou deponovaného kobaltu pro test funkčnosti magnetických vlastností. Depozice vrstev proběhla ze směru osy hrotu (d) vždy při stejné energii svazku $E = 5 \text{ keV}$, proudu svazku $I = 0,4 \text{ nA}$ a plochou (d) $(1 \times 1) \mu\text{m}^2$, ale při různých depozičních časech t_d . (a) Sonda 2D: $t_d = 75 \text{ s}$, odhadovaná tloušťka 40 nm, naměřená tloušťka 36 nm. (b) Sonda 2E: $t_d = 150 \text{ s}$, odhadovaná tloušťka 80 nm, naměřená tloušťka 90 nm. (c) Sonda 2F: $t_d = 225 \text{ s}$, odhadovaná tloušťka 120 nm, naměřená tloušťka 130 nm. (d) Vyznačení plochy pro depozici v programu DrawBeam.



Obrázek 4.10: Testovací měření vyrobených magnetických sond s vrstvou kobaltu na mikroskopu Dimension ICON. Vzorek HDD. (a, d) Sonda 2D s 36 nm vrstvou, (b, e) sonda 2E s 90 nm vrstvou a (c, f) sonda 2F s 130 nm vrstvou.

frekvencí ~ 68 kHz. Na sondy byly nanесeny různé tloušťky krycí kobaltové vrstvy (obrázek 4.9) pomocí čtvercové depozice $(1 \times 1) \mu\text{m}^2$ definované v programu DrawBeam, který je obsažen v kontrolním softwaru mikroskopu TESCAN LYRA3. Funkčnost sond byla testována měřením magnetického demonstračního vzorku pevného disku (*Hard Drive Disk* – HDD).

Vyrobené sondy prokázaly funkčnost výroby magnetických sond depozicí různě silných vrstev (obrázek 4.10). Bylo tak možné přejít k výrobě samosnímacích MFM sond.

4.2.4 Samosnímací magneticky citlivé sondy

Pro výrobu magnetických samosnímacích sond pro mikroskop LiteScope bylo využito komerčně dostupných AFM sond Akiyama založených na křemenné ladičce (obrázek 4.11) a sond PRSA s piezorezistivním senzorem (obrázek 4.12). Oproti testům



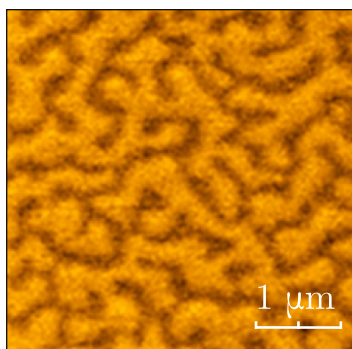
Obrázek 4.11: (a) Snímek sondy Akiyama z optického mikroskopu. Nosná keramická základna slouží pro zakládání sondy do držáku sond mikroskopu LiteScope™. Na základně je napájena křemenná ladička sloužící jako samosnímací senzor, současně schopný buzení kmitů sondy. (b) Snímek z elektronového mikroskopu zachycující konec ladičky, na kterém je připevněné křemíkové raménko s ostrým křemíkovým hrotem.



Obrázek 4.12: Snímky z elektronového mikroskopu raménka sondy PRSA. (a) Boční pohled s viditelnou velikostí a tvarem křemíkového hrotu. (b) Horní pohled s viditelným elektrickým obvodem na raménku. Elektrický obvod (b) slouží u PRSA sond k tepelné excitaci kmitů raménka. Převzato a upraveno z [74].

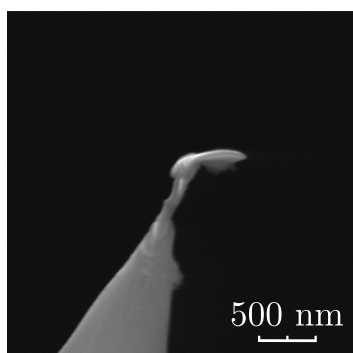
sond v mikroskopu ICON na magnetickém vzorku HDD, probíhalo testování samosnímacích MFM sond na Pt/Co vzorku. Pt/Co vzorek byl použit protože obsahuje magnetické oblasti s větším kontrastem než HDD. Magnetická struktura Pt/Co zároveň není „periodická“ jako u HDD a proto lze lépe pozorovat případné vady zobrazení

(obrázek 4.13). Pt/Co je proto vhodnější na použití pro vývoj měřicího postupu MFM na zařízení LiteScope a testování různých postupů výroby sond.

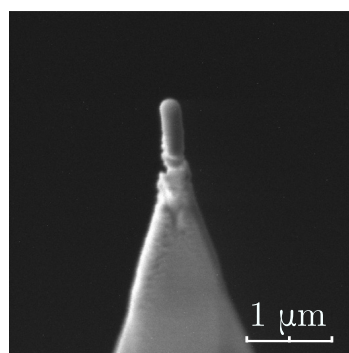


Obrázek 4.13: MFM snímek magnetické struktury multivrstevnatého Pt/Co vzorku. K tvorbě magnetických struktur dochází vlivem hybridizace d orbitalů Pt a Co spolu s posílením magnetického orbitálního momentu Pt. Převzato a upraveno z [89].

Pt/Co vzorek je vyráběn na křemíkovém substrátu střídavým nanášením vícero vrstev Pt a Co. K tvorbě magnetických struktur v Pt/Co dochází z důvodu hybridizace mezi Co 3d a Pt 5d orbitaly, což způsobuje magnetickou polarizaci Pt. Druhým důvodem vzniku struktur je posílení magnetického orbitálního momentu Pt vůči magnetickému spinovému momentu, díky silné spin-orbitální vazebné konstantě [90].



(a)

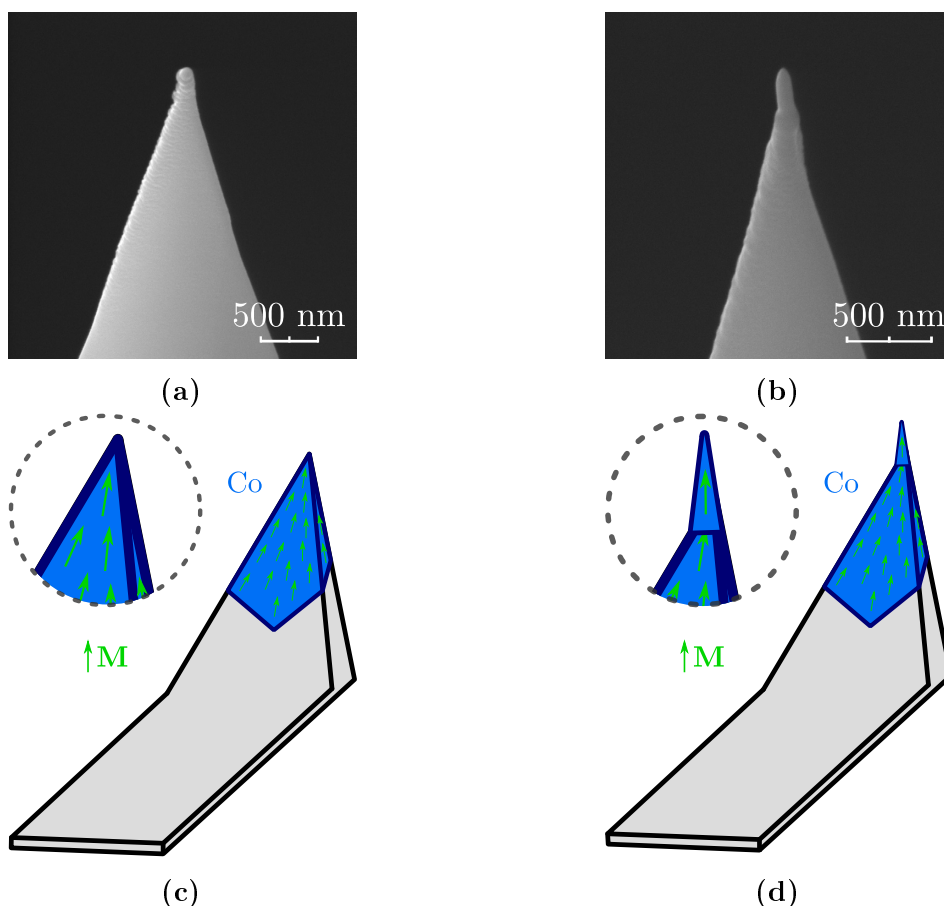


(b)

Obrázek 4.14: Snímky neúspěšných pokusů o depozici kobaltové vrstvy na hrot sondy Akiyama. Neúspěšné depozice byly zaviněny nabíjením hrotů při osvětlení elektronovým svazkem. (a) Sonda s deformovaným hrotem. (b) Sonda pokrytá nehomogenní kobaltovou vrstvou.

První depozice kobaltu testované na sondách Akiyama nebyly úspěšné z důvodu elektrického nabíjení hrotu. Nabíjení mělo za následek zdánlivé uždění obrazu a při depozici deformování tvořených struktur jako v případě ohnutého nanodrátu na obrázku 4.14a, nebo tvorby nehomogenních vrstev jako na obrázku 4.14b. K odstranění elektrického nabíjení hrotů byla při dalších depozicích použita grafitová páska, kterou byly obezřetně uzemněny elektrické kontakty na keramické základně sondy. Na uzemněné sondy Akiyama již bylo možné provést depozici kobaltu bez elektrostatického uždění obrazu a vyrobit tak první sérii magnetických sond. První série obsahovala

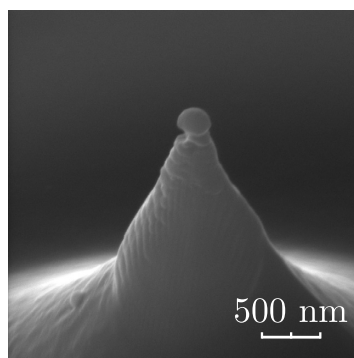
Akiyama sondy s kobaltovou vrstvou, Akiyama sondy s vrstvou spolu s nanodrátem (obrázek 4.15) a PRSA sondy s kobaltovou vrstvou (obrázek 4.16).



Obrázek 4.15: Dva využívané typy strategie výroby magnetických sond. Snímky z elektronového mikroskopu zachycující hroty vyrobených sond (a, b). Schémata jednotlivých hrotů zobrazující předpokládanou magnetizaci na základě prostorového rozložení magnetického materiálu. (a, d) Sonda se souvislou lokalizovanou vrstvou kobaltu na ploše hrotu. (b, e) Sonda s přidáním nanodrátem sloužícím jako magnetický vodič a nový vrchol hrotu.

Testování vyrobených sond

Vyrobené sondy bylo nutné jednotlivě otestovat na Pt/Co a prokázat jejich funkčnost. Z důvodu rychlé výměny sond a lepší kontroly celého systému byly prvotní testy prováděné na vzduchu. Problémem u měření MFM byla chybějící optimalizace systému LiteScope™ pro tento druh měření, která měla za následek vysoký šum. Při ponechání stejného nastavení zpětnovazebního systému, jako při měření klasického AFM, byl zaznamenán šum MFM signálu na úrovni několika stupňů (ve fázi) a Hz (v odchylce frekvence). Při testování sond s deponovanou kobaltovou vrstvou na mikroskopu Dimension ICON byl zaznamenán rozsah MFM signálu v řádu několika desítek stupňů. Ze srovnání naměřeného šumu a zaznamenaného rozsahu MFM signálu vyrobenými sondami šlo předpokládat, že pro měření MFM na mikroskopu LiteScope™ je nutné vý-



Obrázek 4.16: Snímek z elektronového mikroskopu zachycující hrot PRSA sondy s deponovanou kobaltovou vrstvou pomocí techniky FEBID. Pro depozici byla využita kruhová depozice se spirálovitou trajektorií. Vlivem tvaru hrotu nebo depoziční strategie je pozorovatelná mírná nesouvislost narostené vrstvy na úplném vrcholku hrotu.

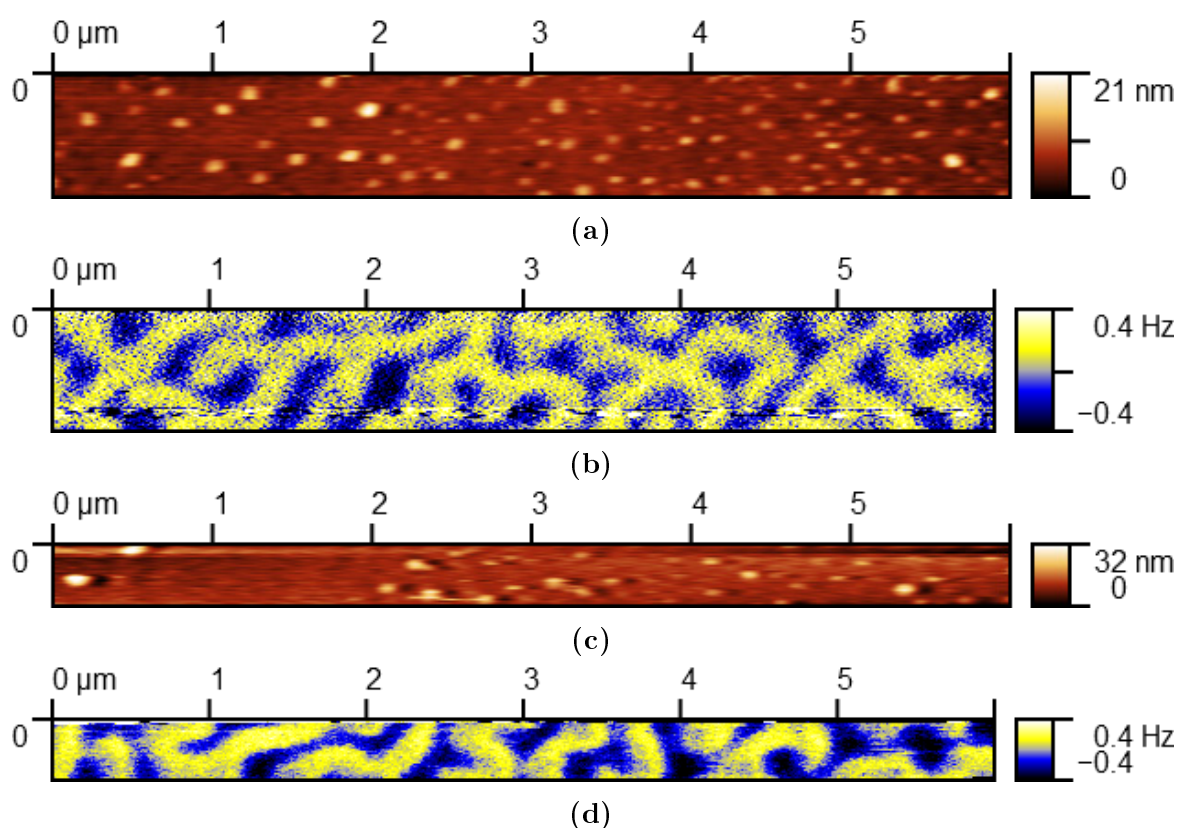
razně snížit šum v druhém průchodu. Stěžejním problémem se tak stala optimalizace zpětnovazebního systému mikroskopu.

Postupnými kroky bylo zjištěno, že hlavními parametry zpětnovazebního systému ovlivňujícími šum MFM signálu jsou časová integrační konstanta (CI), proporcionální konstanta (CP) a filtr dolní propusti zpětné vazby (*Low-Pass filter* – LP) spojené s detekcí fáze. Obecně má snížení těchto parametrů za následek kromě snížení šumu i zpomalení zpětné vazby. Naopak přílišné snížení může šum opětovně zvýšit, kvůli vzájemnému provázání parametrů. Bylo tedy nutné najít správnou rovnováhu jednotlivých parametrů, při které je šum minimální.

Po nalezení vhodné konfigurace parametrů došlo ke snížení šumu na úroveň několika setin stupně, což dalo silnou naději na úspěšné změření magnetické struktury. Přešlo se proto k testům vyrobených sond. Testovací měření bylo kvůli pomalé zpětné vazbě nutné provádět $10\times$ – $100\times$ pomaleji oproti standardnímu měření AFM.

U všech vyrobených Akiyama sond byla prokázána funkčnost změřením částečného obrazu magnetické struktury Pt/Co. Byla také zjištěna výrazně lepší citlivost MFM sond s přidáním nanodrátem, oproti sondám pouze s magnetickou vrstvou (obrázek 4.17). Oproti magnetickým sondám Akiyama se u sond PRSA nepovedlo prokázat schopnost detekce magnetického pole vzorku. Nefunkčnost magnetických PRSA sond má několik důvodů.

- (i) U PRSA sond nedošlo k vytvoření zcela homogenní vrstvy jako u Akiyama sond (obrázek 4.16). To bylo zřejmě způsobeno použitím kruhové depozice s depozicí po spirále místo čtvercové cik-cak depozice, která byla použita u Akiyama sond. Kruhová depozice byla použita kvůli větší symetrii výsledné magnetické struktury na kuželovitém hrotu PRSA sond.
- (ii) Úroveň šumu MFM signálu se nepovedlo snížit na stejnou úroveň jako u Akiyama sond. Ke snížení šumu nedošlo ani při pozdějších testech ve vakuu, kde dochází ke zlepšení rezonančních vlastností sondy a tím ke zlepšení signálu.
- (iii) Žádná z testovaných PRSA sond neměla přídatný magnetický nanodrát, který dle experimentů zvyšuje magnetickou citlivost.

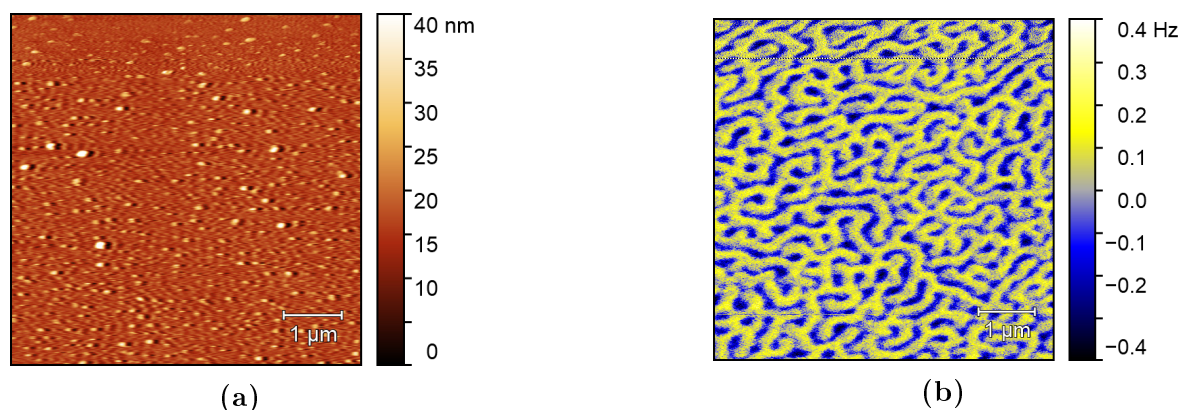


Obrázek 4.17: Vzorové ukázky výsledků testů funkčnosti vyrobených sond na Pt/Co. Na snímcích je viditelný rozdíl v citlivosti sond s homogenní magnetickou vrstvou (a, b) a sond s vrstvou a nanodrátem (c, d). Na topografických snímcích (a, c), lze pozorovat rozmazání struktur na povrchu z důvodu nastavení pomalé zpětné vazby, kvůli redukci šumu MFM signálu při druhém průchodu. Na obou snímcích je rozeznatelná pro Pt/Co charakteristická magnetická struktura, přičemž ve snímku (d) je oproti (b) pozorovatelný výrazně méně zašuměný signál, kvůli vyšší citlivosti sond s přídatným nanodrátem.

Vzhledem k prokázané magnetické citlivosti vyrobených Akiyama sond a neprokázání funkčnosti vyrobených PRSA sond¹, byly dále používány pouze sondy Akiyama.

Stabilita magnetického měření

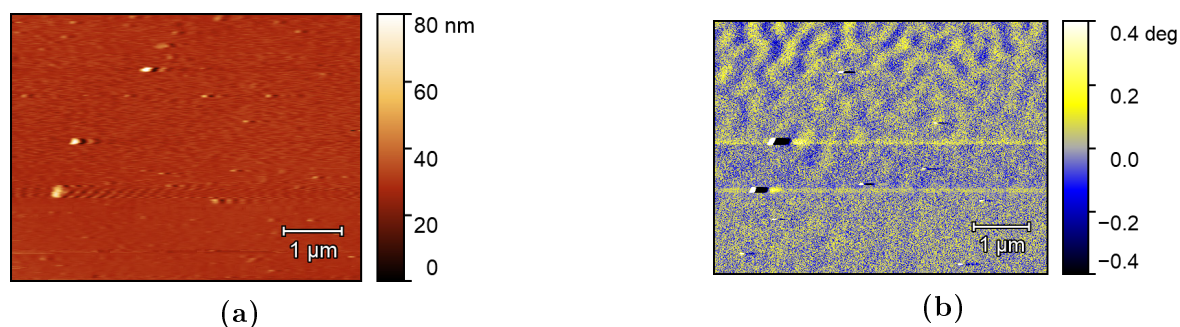
Některé SPM systémy v průběhu měření mohou například na větších nerovnostech vzorku vykazovat nestabilitu a selhání zpětné vazby. Proto byla ověřena stabilita upraveného nastavení mikroskopu měřením celých snímků. Tím byla zároveň otestována



Obrázek 4.18: Test stability nastavení systému MFM na $(6 \times 6) \mu\text{m}^2$ oblasti Pt/Co. Na snímku (a) je z důvodu použití pomalé zpětné vazby neostrá, ale stabilní topografie. Snímek (b) ukazuje stabilitu použitého nastavení a použité sondy i při déle trvajícím magnetickém měření celých oblastí.

mechanická stabilita hrotu vůči otírání a odlamování kobaltu. Víceru testů prokázalo schopnost měřit stabilně celé oblasti (obrázek 4.18).

Některá provedená měření ale vykazovala postupnou (a nevratnou) ztrátu měřeného MFM signálu (obrázek 4.19). Snížení MFM signálu bylo v měření provázáno vznikem oblastí s velkou výchylnou („škrábanců“), které značí kontakt s povrchem. Při srovnání MFM signálu (obrázek 4.19b) s topografií (obrázek 4.19a) lze pozorovat, že ke kontaktu docházelo zpravidla na výstupcích vzorku. Ke kontaktu hrotu a výstupku docházelo kvůli použití pomalé zpětné vazby a tím i nepřesně změřené topografii.

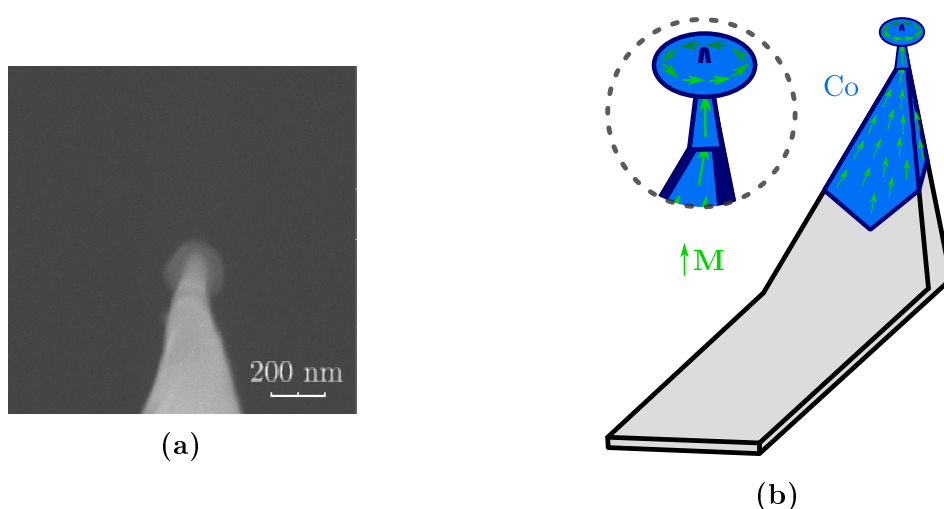


Obrázek 4.19: Topografie (a) a MFM signál (b) z MFM měření, při kterém došlo ke ztrátě MFM signálu.

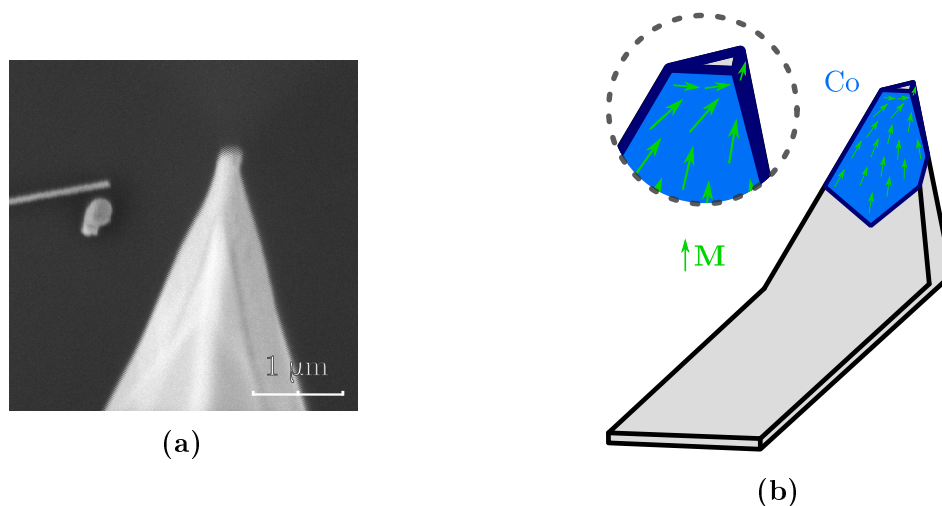
¹Možnost úspěšného magnetického měření s PRSA sondami není vyloučena, ale pro potřeby této práce nebyl nutný vývoj dalšího typu magnetických samosnímácích sond.

Pokles intenzity MFM signálu během měření, může nastat z různých důvodů.

- (i) Zachytávání nemagnetických nečistot na špičku hrotu mění vzdálenost mezi magnetickou částí hrotu a vzorkem. Tím dojde ke snížení MFM signálu a také nutně způsobí skoky v naměřené topografii.
- (ii) Ulpívání magnetických částic ze vzorku na hrotu způsobí změnu magnetizace hrotu a tím ztrátu citlivosti MFM (obrázek 4.20). Pokud se částice přichytí na bok hrotu, nemusí způsobit změnu v měřené topografii. Uchycení magnetické částice přímo na špičce hrotu topografii změní. Vzhledem k měření na vrstveném Pt/Co vzorku s homogenním povrchem je toto vysvětlení nepravděpodobné.
- (iii) Postupná deformace magnetické části hrotu způsobí postupné stáčení magnetizace hrotu a tím i postupnou změnu magnetické citlivosti. Deformací hrotu dojde ke změně jeho symetrie a rekonfiguraci preferovaného směru magnetizace (obrázek 4.20).
- (iv) Ulomením špičky hrotu dojde k vytvoření plošky na konci sondy, což způsobí skokové zhoršení měřené topografie. Zároveň dojde k výraznému zhoršení (či kompletní ztrátě) MFM signálu z důvodu změny magnetizace vrcholku hrotu (obrázek 4.21). K odlomení konce hrotu dochází často u sond s nanodrátem, ale dochází k němu i u sond pouze s magnetickou vrstvou. Delaminace magnetické vrstvy byla pozorována u tlustších vrstev kobaltu (> 100 nm). U sond s tenčí kobaltovou vrstvou dochází k lomu vrstvy jen společně se zlomením podkladového křemíkového hrotu. K ulomení části hrotu dochází nejčastěji při nevhodně nastavené zpětné vazbě systému a bočnímu nárazu do vyšší struktury na povrchu.

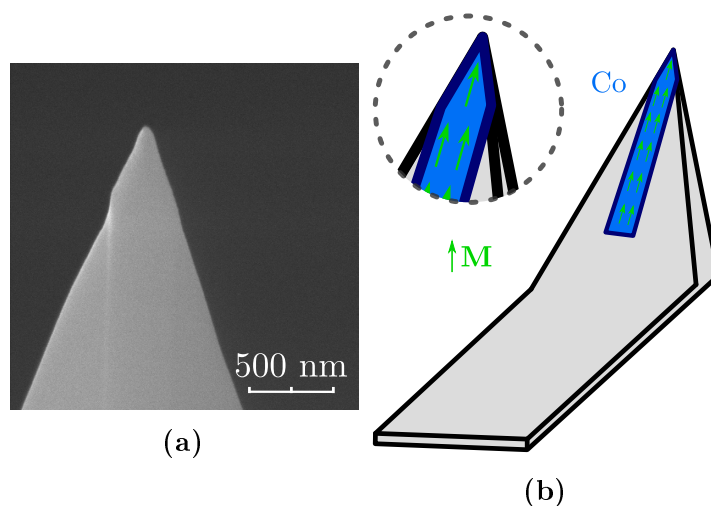


Obrázek 4.20: Snímek (a) a schéma (b) sondy s deformovaným magnetickým hrotem z důvodů nárazů do povrchu vzorku, nebo přitažením magnetické nanočástice z povrchu vzorku. V obou případech dochází kvůli změně symetrie hrotu k rekonfiguraci magnetizace do energeticky preferovanějšího směru vůči novému tvaru. Takto poškozená sonda často nevykazuje výrazně odlišné schopnosti mapování topografie, ale její magnetická citlivost je výrazně snížena až zničena.



Obrázek 4.21: Snímek (a) a schéma (b) sondy se stočenou magnetizací ulomeného hrotu. Po zlomení dojde ke zhoršení schopnosti topografického měření a k snížení, či vymizení magnetické citlivosti sondy.

Pro eliminaci stáčení magnetizace sondy při ztrátě (setření) části kobaltu ze špičky hrotu byla navržena nová depoziční strategie. Byl navržen typ sondy s magnetickým páskem z jedné strany hrotu (obrázek 4.22). Tato konfigurace vede k vytvoření jasně preferovaného směru magnetizace v délce pásku. Pásek zároveň nebude v přímém osvětlení primárním svazkem, jehož případný vliv je stále předmětem studií.

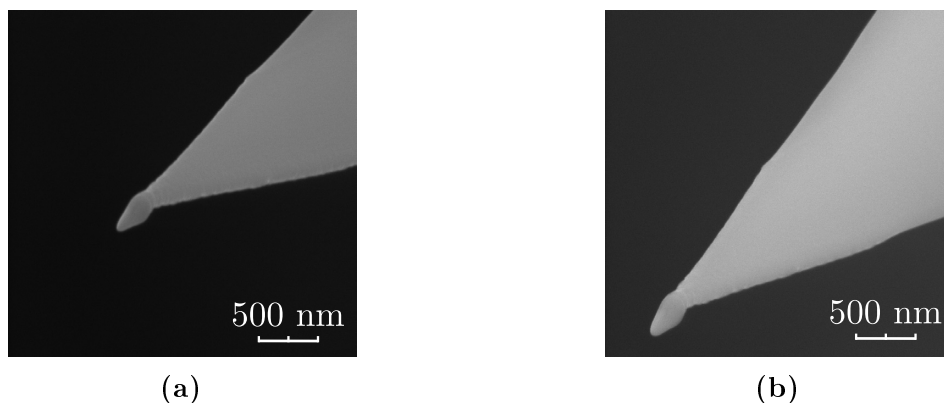


Obrázek 4.22: Snímek (a) a schéma (b) sondy s jednostrannou depozicí kobaltové vrstvy ve tvaru pásku pro prostorovou definici lehké osy a tím i preferovaného směru magnetizace.

Zvýšení chemické a mechanické stability

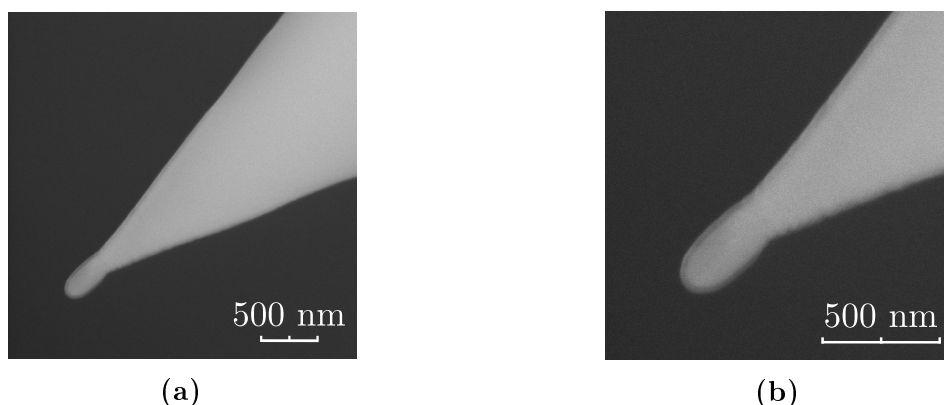
Pro zvýšení mechanické a chemické odolnosti vyráběných hrotů bylo ozkoušeno použití přídatné ochranné vrstvy. V používaném zařízení GIS je k dispozici pro výrobu ochranné vrstvy platinový prekurzor a prekurzor s izolátorem SiO₂. V používaném sys-

tému je také možné pro chemickou ochranu kobaltu cíleně pokrýt sondy přirozeně vznikající uhlíkovou vrstvou. Ta vzniká vlivem elektronového svazku z rozkladu zbytkové atmosféry ve vakuové komoře. Nevýhodou použití této uhlíkové vrstvy je nemožnost kontroly a opakovatelnosti růstu.



Obrázek 4.23: (a) Sonda s kobaltovou vrstvou a kobaltovým hrotem. (b) Stejná sonda po depozici přídatné (ochranné) vrstvy platiny. Platinová vrstva způsobuje mírné vyhlazení povrchu kobaltové vrstvy.

Podle studií je platinový depozit téměř dvakrát tvrdší než kobaltový a většinou roste s velmi nízkým obsahem Pt ($\sim 15\%$) [88,91]. Stejně jako v případě Pt/Co vzorku by mohlo docházet k interakci Pt s Co na hrotu, což by umožnilo úpravu magnetických vlastností sondy. Kvůli nekvalitnímu rozhraní je tato interakce málo pravděpodobná. Velmi nízký kontrast mezi Co a Pt depozitem v SEM obrázcích ale velmi komplikuje možnost přímé optimalizace výroby (obrázek 4.23). Sond s přidanou Pt vrstvou bylo vyrobeno několik, přičemž vrstvy měly odhadované tloušťky² do 10 nm. Ani jedna z testovaných sond s Pt ale neprokázala vyšší mechanickou odolnost oproti standardním sondám, ani významnou změnu magnetické citlivosti sond oproti sondám bez Pt.



Obrázek 4.24: (a) Magnetická sonda s kobaltovou vrstvou, hrotem a ochranou vrstvou izolátoru SiO_2 . (b) Bližší pohled na hrot sondy s viditelnou izolační vrstvou SiO_2 o tloušťce ~ 40 nm.

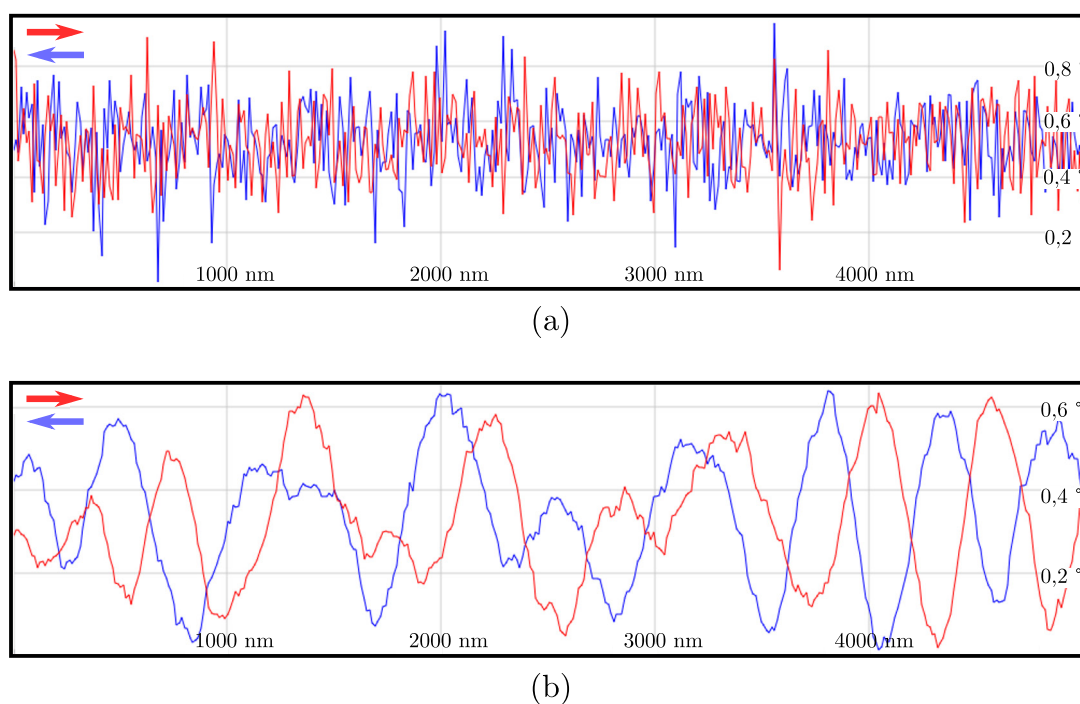
²Odhad byl proveden na základě známé depoziční rychlosti Pt, doby depozice a plochy zvolené pro depozici a porovnání poloměrů hrotů před a po depozici Pt.

Oproti platině přídavná vrstva izolátoru SiO_2 nemůže způsobit změnu magnetizace hrotu. SiO_2 je deponována téměř čistě (95–100 %) a v SEM snímcích je kontrastnější (obrázek 4.24) [91]. Vyrobené testovací sondy měly tloušťku SiO_2 okolo 30 nm. Sondy se prokázaly jako výrazně mechanicky odolnější oproti podobným sondám bez přidané vrstvy SiO_2 . Vlivem tloušťky vrstvy SiO_2 vykazovaly tyto sondy výrazně nižší magnetickou citlivost.

Po zdokonalení výrobního procesu, dosahovaly hroty vyrobených sond poloměru až 21 nm u sond pouze s homogenní vrstvou, 19 nm v případě sond s přidaným nanodrátem a 25 nm s ochranou SiO_2 vrstvou³.

4.3 Variabilní zpětná vazba

Nezávisle na typu použité sondy bylo pro měření kvalitních MFM snímků nutné vylepšit nastavení systému LiteScope™, který při rychlé vazbě vykazoval vysoký šum (obrázek 4.25a).



Obrázek 4.25: Porovnání magnetického signálu stejného řádku na Pt/Co vzorku. Při měření byla použita stejná sonda, rychlost skenování a nastavení pro měření přesné topografie. (a) Rychlá zpětná vazba je použita v obou průchodech. Je možné měřit přesnou topografii, ale v magnetickém signálu je vysoký šum. (b) Rychlá vazba je použita pouze v prvním průchodu, v druhém průchodu je vazba zpomalená kontrolním skriptem. Kvalita měření topografie je nezměněna, ale dochází k razantnímu snížení šumu v magnetickém signálu.

Bylo nutné vyřešit konflikt mezi nastavením rychlé zpětné vazby pro přesný záznam topografie a pomalé zpětné vazby pro čistý MFM signál v druhém průchodu.

³Poloměr hrotu komerční sondy Akiyama je < 15 nm [73].

Proto s využitím programovacího prostředí uvnitř softwaru mikroskopu, byl navržen kontrolní skript pro měření dvouprůchodových technik. Skript zahájí měření a poté v průběhu měření detekuje přechod z prvního do druhého průchodu a naopak. V okamžiku detekce přechodu mezi měřením topografie a MFM signálu, skript provede změnu nastavení zpětnovazebního systému. Pomocí skriptu se povedlo docílit použití rychlé zpětné vazby při topografickém průchodu a pomalé zpětné vazby při druhém, magnetickém, průchodu. Dosáhlo se tak výrazného snížení šumu MFM signálu (obrázek 4.25b) i při rychlém skenování bez důsledků na topografické měření.

4.4 Demonstrace korelované magnetické a elektronové mikroskopie

Testy na vzduchu prokázaly funkčnost systému MFM a bylo tak možné se přesunout k měření ve vakuu. Při měření ve vakuu dochází kvůli absenci odporu vzduchu ke zlepšení rezonančních vlastností sond, což vede k vyšší citlivosti celého zpětnovazebního systému. Z tohoto důvodu bylo nutné ve vakuu znovu mírně optimalizovat nastavení zpětnovazebního systému mikroskopu (tabulka 4.4). Po optimalizaci byla úspěšně

Tabulka 4.4: Optimalizované parametry pro magnetická měření ve vakuu na mikroskopu LiteScope™ v laboratořích CEITEC Nano. Parametry jsou platné při použití skriptu zajišťujícím variabilní zpětnou vazbu. Rychlost skenování a setpoint⁴ jsou shodné pro oba průchody, ostatní parametry platí pouze pro druhý průchod.

Rychlost skenování (Hz)	Setpoint (Hz)	Amplituda				
		kmitů (V)	Lift (nm)	CP	CI	LP (Hz)
0,7	11	0,28	50	48	2	47

provedena první měření MFM ve vakuových podmínkách.

Při měření se jako problém ukázal vliv elektronového svazku. V případě měření při zapnutém svazku nebylo vůbec možné detekovat magnetický signál vzorku. K znemožnění měření magnetického signálu docházelo při zapnutí svazku před i během MFM měření. Při zapnutí svazku v průběhu MFM měření byl magnetický signál okamžitě ztracen a často došlo k poškození hrotu sondy. Experimenty ukázaly, že kvůli svazku dochází k ovlivnění liftu (kapitola 2.4.2), nastavené pro druhý průchod.

Zatímco bez svazku se magnetická měření provádí většinou při liftu (30–50) nm, tak s elektronovým svazkem je nutné nastavení liftu upravit na > 80 nm. Ostatní parametry jsou beze změny. Tato změna zřejmě kompenzuje elektromagnetické přitahování hrotu sondy k povrchu vzorku, na který dopadá svazek. Přitahování hrotu způsobuje posun rovnovážné polohy kmitů sondy blíže vzorku, a to má za následek, že kmitající hrot začne narážet do vzorku. Reálná vzdálenost mezi rovnovážnou polohou kmitů sondy a povrchem vzorku je tak oproti nastavenému liftu menší, právě vlivem přitažení.

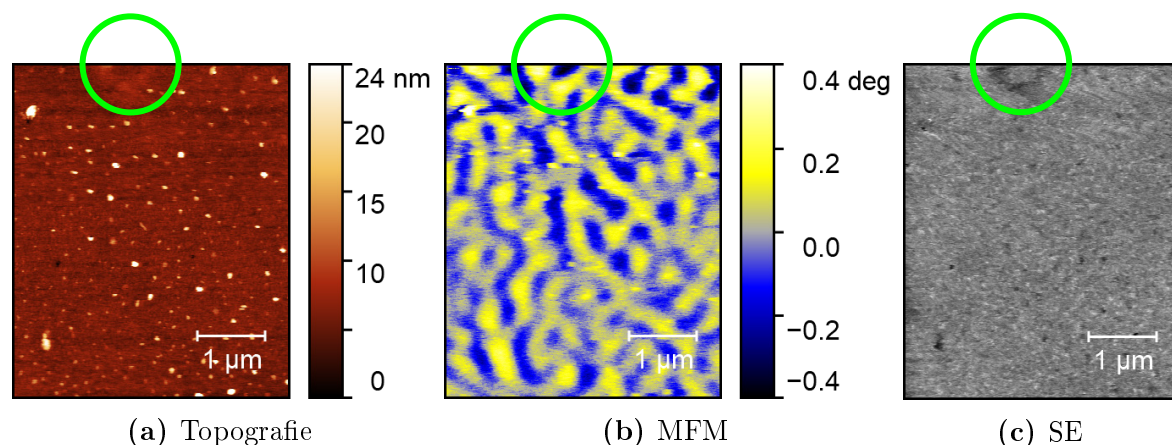
⁴Setpoint je udržovaná hodnota posuvu rezonanční frekvence v poklepovém režimu. Vyšší setpoint znamená výraznější silové působení povrchu na sondu.

Přesné vysvětlení tohoto jevu včetně kvantifikace pro možnost přesného nastavení liftu, je stále předmětem zkoumání.

Protože během testování se výrazné navýšení liftu ukázalo jako funkční řešení, bylo možné provést demonstrační měření na různých magnetických nanomateriálech.

4.4.1 Pt/Co

První demonstrací techniky korelované MFM-SEM bylo měření testovacího vzorku Pt/Co (obrázek 4.26). V signálech jsou jasně pozorovatelná místa s odlišným kontrastem od okolí jak v topografii tak i ve snímku SE. V topografii jsou jasně pozorovatelné drobné výstupky na vzorku. Může se jednat o shluky platiny, kobaltu či jejich slitiny Pt/Co z průběhu depozice, nebo o ulpěné nečistoty na vzorku. Stejná místa jsou pozorovatelná v SE signálu jako oblasti s tmavým kontrastem oproti okolí. Ze samotného SE snímku by nebylo možné určit, zda se jedná o prohlubně ve vzorku, nebo shluky odlišného materiálu než Pt/Co s nižší emisivitou SE. Z korelace těchto snímků je zřejmé, že se jedná o shluky materiálu s nižší emisivitou SE, které leží na povrchu Pt/Co. Jedná se zřejmě o nečistoty, které ulpěly na vzorku. K těmto snímkům máme k dispozici i třetí MFM snímek s informací o uspořádání magnetického pole nad vzorkem. Lze tak stanovit, že měříme magnetický materiál s charakteristickým magnetickým uspořádáním s nemagnetickými povrchovými nečistotami, které neovlivňují MFM signál. Zajímavým propojením informací je viditelný oblouk v horní oblasti topografie i SE mapy, který je rozeznatelný i v magnetickém snímku. Může se jednat o zvrásněnou, znečištěnou



Obrázek 4.26: Korelované MFM-SEM měření provedené na demonstračním Pt/Co vzorku. Topografická (a) a magnetická (b) mapa vzorku zachycená vyrobenou sondou s nanodrátlem a intenzita SE (c) stejné oblasti zachycené v průběhu měření MFM. Zeleň ohraničenou oblastí je zvýrazněný obloukový kontrast přítomný ve všech snímcích. Měřeno v elektronovém mikroskopu MIRA XMU.

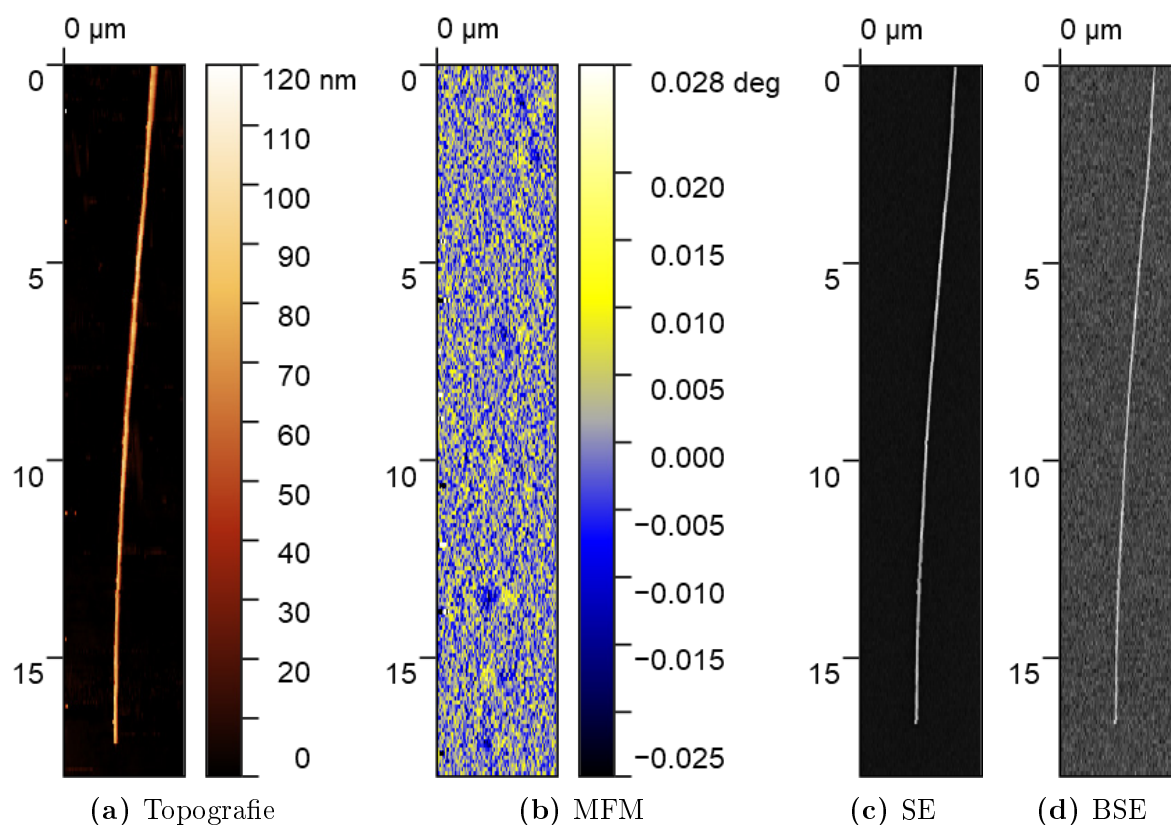
či zoxidovanou oblast materiálu, která měla za následek ovlivnění tvaru magnetického pole. Druhým vysvětlením je, že se jedná o oblast se silnějším magnetickým polem, jehož silové působení na hrot je mylně zaznamenáno jako zvýšení povrchu. Pole zároveň negativně ovlivňuje lokální emisi SE, což je ve snímku SE vidět jako tmavší oblast.

Které vysvětlení je pravdivé se nepovedlo prokázat. Z proběhlých diskuzí ale vy-

plynula možnost použití této techniky pro nastavování či samotný vývoj magnetických technik využívajících interakce SE s magnetickým polem (kapitola 2.3).

4.4.2 Magnetická cylindrická nanovlákna

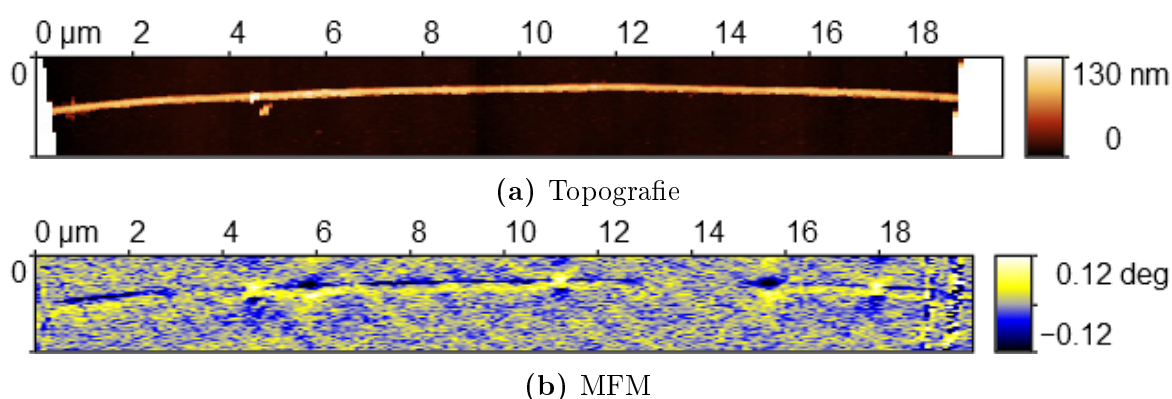
V kapitole 3 bylo ukázáno jaký vliv mají způsoby přípravy NW na jejich odepínací pole v souvislosti s krystalografickou strukturou NW. Tento výzkum by velmi podpořila technika schopná bez narušení NW mapovat magnetickou konfiguraci spolu s chemickou či krystalografickou analýzou. Právě z tohoto důvodu je zde demonstrováno korelované měření magnetických cylindrických NW (obrázek 4.27) ve srovnání s měřením magnetické konfigurace NW zaznamenané na mikroskopu NT-MDT NTEGRA v Grenoblu (obrázek 4.28). NW na obou snímcích pochází ze stejné výrobní matrice (kapitola 3.1) a měly by tak mít téměř totožnou délku a průměr.



Obrázek 4.27: Korelované MFM-SEM měření prostého $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ NW. Topografický (a) a magnetický (b) snímek vzorku zachycený sondou s nanodrátem. Mapa intenzity SE (c) a BSE (d) stejné oblasti zachycené v průběhu měření MFM. Měřeno v elektronovém mikroskopu MIRA XMU.

Porovnání topografických snímků na obrázku 4.27a a obrázku 4.28a neukazuje žádný rozdíl ve schopnosti měření topografie. Na obou snímcích jsou vlákna podobně velká a ani jeden snímek neukazuje výraznější šum nebo artefakty. Oproti tomu, magnetické signály na obrázku 4.27b a obrázku 4.28b jsou odlišné. Na obrázku 4.27b z mikroskopu LiteScope™ lze vidět nižší magnetický signál DW (světlé a tmavé body podél osy NW) a homogenně zašuměné pozadí. V místě DW je na obrázku pozorovatelný jasně dvojitý

signál (kontrast). Ten značí zachycení opačného magnetického pole na jednotlivých stranách NW během průchodu. Na obrázku 4.28b z mikroskopu NTEGRA lze pozorovat DW více zřetelně. Zaznamenaný fázový signál je větší, než v předchozím případě, ale na snímku je viditelné i intenzivnější pozadí. Některé DW jsou také zachyceny s dvojitým kontrastem po stranách vlákna. Zřetelně lze pozorovat i jasný fázový signál po celé délce vlákna. Ten značí, že při měření sonda mírně interagovala s povrchem. K interakci došlo kvůli vyšší rychlosti skenování 1,3 Hz na NTEGRA oproti 0,6 Hz na LiteScope™. S mikroskopem LiteScope™ došlo při rychlostech vyšších než 1 Hz ke ztrátě signálu z DW.



Obrázek 4.28: Srovnávací topografický (a) a magnetický (b) obraz jednoho magnetického cylindrického nanovlákna mezi zlatými kontakty (pozorovatelné na krajích topografie). Měřeno v Grenoblu na mikroskopu NTEGRA NT-MDT.

Ze srovnání magnetických snímků pořízených jednotlivými mikroskopy vychází o něco lépe systém NTEGRA a to kvůli možnosti výrazně rychlejšího měření. Při měření byl zachován dostatečně silný signál DW oproti zvýšenému šumu pozadí a parazitnímu signálu NW, které mají původ právě v rychlém skenování. Tento rozdíl může v budoucnu změnit optimalizace výroby sond a zvýšení jejich magnetické citlivosti.

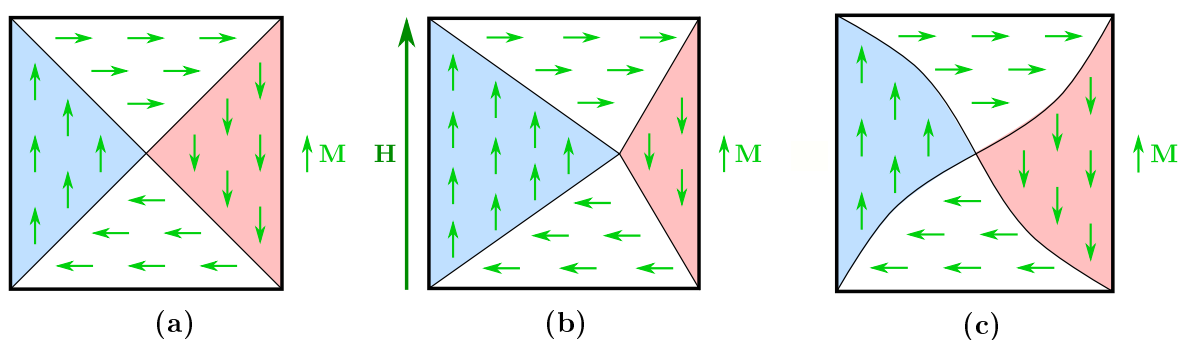
Další výhodou systému NTEGRA je možnost aplikace magnetického pole v rovině i mimo rovinu vzorku. Nevýhodou pro analýzu moderních magnetických nanostruktur je limitovaná schopnost navigace pomocí optického objektivu. Moderní nanostruktury dosahují rozměrů často jen desítek či několika stovek nm a proto je nutné k jejich měření přidat navigační struktury na vzorek. Před samotným měřením je často nutné nanostruktury lokalizovat vůči navigačním strukturám pomocí SEM.

Demonstrovaná MFM-SEM technika má oproti standardnímu MFM výhodu v možnosti in-situ přesné a velice rychlé navigace po vzorku. To umožňuje snadný výběr vhodných nanostruktur nebo jejich částí pro analýzu a přesné navedení hrotu na požadované místo. Pro demonstraci byly s MFM korelovaně naměřeny signály SE upřesňující morfologickou informaci a BSE, který nese materiálovou informaci o vzorku (obrázek 4.27). Kromě zde uvedeného měření by pro analýzu magnetických nanovláken bylo vhodné korelované měření s použitím EBSD, nebo korelace s EDX. EBSD by umožnilo zmapování krystalografického uspořádání nanovlákna [92] a EDX by přineslo informaci o lokálním složení NW na základě uvolněného charakteristického rentgenového záření jednotlivých prvků v materiálu [56].

4.4.3 NiFe vortexové struktury

Magnetické vortexové struktury jsou často používány pro analýzu formování, transportu či překlápění domén v 2D materiálech. Vzhledem k dobře kontrolovatelné velikosti a tvaru vytvářené nanostruktury, lze poměrně snadno řídit základní rozložení magnetizace struktury. Běžně jsou studovány kruhové, prstencovité, trojúhelníkové nebo dále uvažované čtvercové struktury.

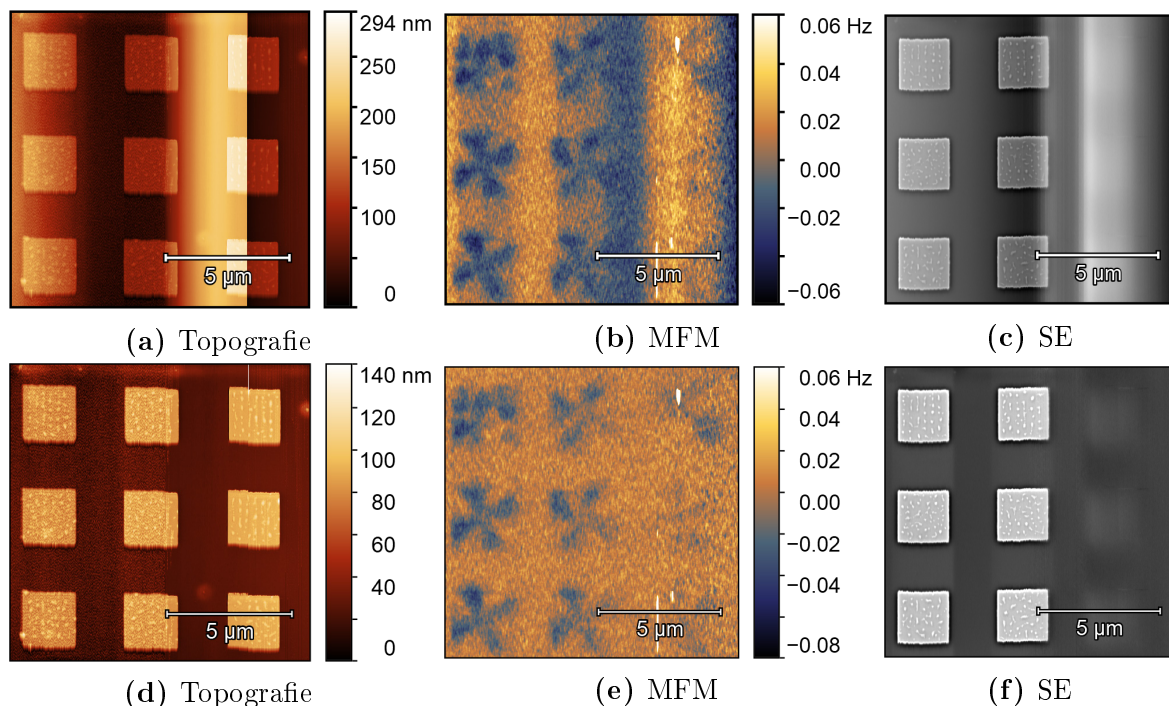
Symetrická čtvercová feromagnetická nanostruktura je charakteristická tvorbou čtyř navzájem kolmých domén. Vznik těchto domén je způsoben minimalizací výměnné a dipolární energie. Čtyřdoménové uspořádání zajišťuje největší možné oblasti se shodnou magnetickou orientací a maximální uzavření dipolárního pole (obrázek 4.29a). Působením vnějšího magnetického pole na strukturu je možné pozměnit doménové uspořádání ve prospěch domény shodně orientované s aplikovaným magnetickým polem (obrázek 4.29b). Magnetické pole může kromě posuvu jádra způsobovat i deformaci (pokřivení) doménových hranic (doménových stěn) (obrázek 4.29c). K přeuspořádání domén dochází kvůli minimalizaci Zeemanovy energie.



Obrázek 4.29: Schéma magnetického uspořádání domén formujících magnetický vortex v čtvercové magnetické nanostruktuře. Domény kvůli minimalizaci výměnné a dipolární energie jsou formovány do čtyř symetrických na sebe kolmých domén (a). V strukturách je možné snadno pozorovat změny uspořádání domén uvnitř struktury v reakci na různé vlivy. Příkladem může být vliv magnetického pole v rovině struktury, čímž dojde k rozšíření souhlasně polarizované domény vlivem Zeemanovy energie (b). Magnetické pole může kromě posuvu jádra způsobovat i deformaci doménových hranic (c).

Při charakterizaci vortexových struktur pomocí MFM může kvůli minimalizaci Zeemanovy energie uvnitř struktur docházet k „tahání“ vortexového jádra pod oblast magnetického hrotu. K přesunu vortexového jádra dojde je-li magnetické pole hrotu příliš silné a jeho působením dojde ke změně energeticky preferovaného uspořádání domén struktury. Výsledkem přesunu vortexového jádra je zachycení obrazu zdánlivě nefyzikálního magnetického pole (obrázek 4.30b, levý horní čtverec).

Z pohledu korelované MFM-SEM (obrázek 4.30) je výhodné doplnění MFM snímků informacemi z SEM o morfologii vzorku v podobě možného rozlišení případných nečistot. V případě studia chemicky členěných struktur může být zajímavá současná materiálová EDX analýza. Hlavním důvodem představení těchto struktur v této práci je ukázka schopnosti systému měřit citlivé, magnetickým hrotem ovlivnitelné, struktury.



Obrázek 4.30: Korelované MFM-SEM měření pole magnetických vortexových struktur o rozměrech $2\text{ }\mu\text{m}\times 2\text{ }\mu\text{m}\times 60\text{ nm}$. Snímky bez (a-c) a s (d-f) provedenou obrazovou korekcí. Topografický (a, d) a magnetický (b, e) snímek vzorku zachycený sondou s nanodrátem. Mapa intenzity SE (c, f) stejné oblasti zachycené v průběhu měření MFM. V snímcích je pozorovatelná linie při které, kvůli odlomení nanodrátu na hrotu, došlo ke skoku v topografii (a), ztrátě MFM signálu (b) a ztrátě morfologických informací v SE (c). Změnou parametrů měření se povedlo částečně navrátit magnetický signál ke konci měřené oblasti (b, e). Změna parametrů ale způsobila druhý skok v topografii (a). Signál SE byl ztracen protože při odlomení nanodrátu se posunula sonda a zastínila elektronový svazek. Měřeno v elektronovém mikroskopu MIRA XMU.

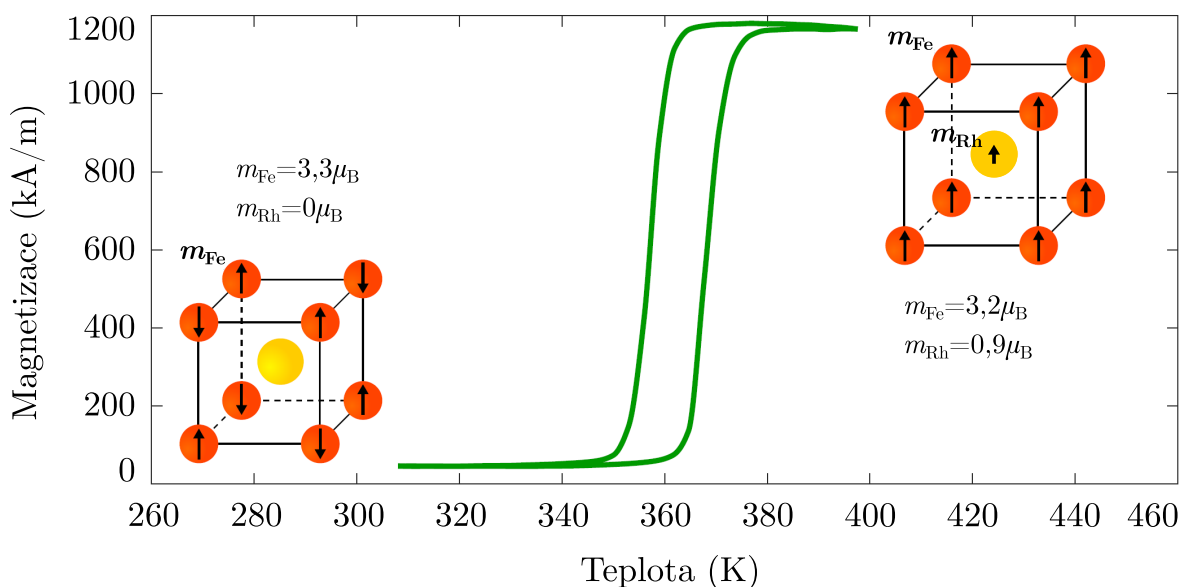
V první polovině MFM snímků lze pozorovat charakteristické magnetické struktury v podobě X nad jednotlivými čtverci a topografickou a morfologickou SE mapu příslušné oblasti. V obrázku 4.30a jsou pozorovatelné dva výrazné skoky v měřené výšce. K prvnímu (levému) skoku došlo kvůli ulomení špičky hrotu sondy tvořené magnetickým nanodrátem, což bylo doprovázeno ztrátou MFM signálu kvůli náhlé změně citlivosti. K druhému (pravému) skoku v topografii došlo změnou amplitudy kmitání sondy, během snahy o navrácení MFM signálu. Snaha o navrácení MFM byla částečně úspěšná, což je pozorovatelné ke konci MFM obrazu, kde se opět objevují tři pravé poloviny X -ové struktury (obrázek 4.30b, e), pouze s výrazně nižším kontrastem kvůli absenci nanodrátu.

Z hlediska metodiky měření je zajímavý také poslední SE snímek (obrázek 4.30c, f). Porovnáním s topografickým signálem (obrázek 4.30a, d) je z vodorovných hran struktur patrné průběžné přibližování svazku směrem k hrotu z původního místa. Změna vzdálenosti je nejlépe patrná na prostředním sloupci čtverců kde SE a topografie mezi sebou nekoreluje úplně. Pro prevenci tohoto jevu je vhodné nechat systém před měřením několik minut zrelaxovat.

Na SE snímcích je také velmi výrazná ztráta signálu SE od okamžiku odlomení hrotu. Odlomením hrotu došlo ke změně umístění hrotu sondy a přibližný elektronový svazek se tak ocitl přímo nad hrotem. Elektronový svazek tak zbytek měření snímal signál z povrchu hrotu. Částečně ale svazek prozařoval tenký hrot a generoval tak slabý signál SE z povrchu vzorku. Signál ze vzorku pod hrotem je možné pozorovat na obrázku 4.30f, kde je slabě vidět třetí sloupec NiFe struktur.

4.4.4 FeRh

FeRh je metamagnetická slitina vykazující hysterézní přechod mezi antiferomagnetickou (AF) a feromagnetickou (FM) fází v okolí 370 K. Slitina má kubickou středově centrovanou mřížku s atomy Fe v rozích a atomem Rh na středu. Při nízké teplotě mají atomy Rh nulový magnetický moment a momenty Fe se vzájemně kompenzují. Při vyšších teplotách dojde k navázání magnetických momentů Fe a Rh, což zapříčiní změnu energeticky favorizovaného uspořádání magnetizace ve prospěch feromagnetické fáze (obrázek 4.31) [55].



Obrázek 4.31: Průběh magnetizace 120 nm vrstvy FeRh na substrátu MgO(00) v okolí AF-FM přechodové teploty ~ 370 K. V nízké a vysoké teplotní oblasti je graficky znázorněna krystalografická struktura FeRh a příslušné magnetické uspořádání atomů. Převzato a upraveno z [93].

Vzorek FeRh je vytvářen napařováním tenké (mateřské) vrstvy FeRh slitiny v prostředí UHV na nosný substrát MgO(001). Následným žíháním dojde ke vzniku nanoostřůvků z původně homogenní vrstvy FeRh. Magnetická měření MFM, v magnetickém poli 0,25 T kolmém na rovinu vzorku, prokázaly současný výskyt AF i FM nanoostřůvků při pokojové teplotě v různém zastoupení na vzorku⁵. Pro pochopení kritických faktorů zodpovědných za vznik konkrétní magnetické fáze materiálu je vhodné studovat závislost jejich tvorby na tloušťce mateřské vrstvy FeRh, teplotě a rychlosti žíhání a velikosti jednotlivých ostrůvků [93].

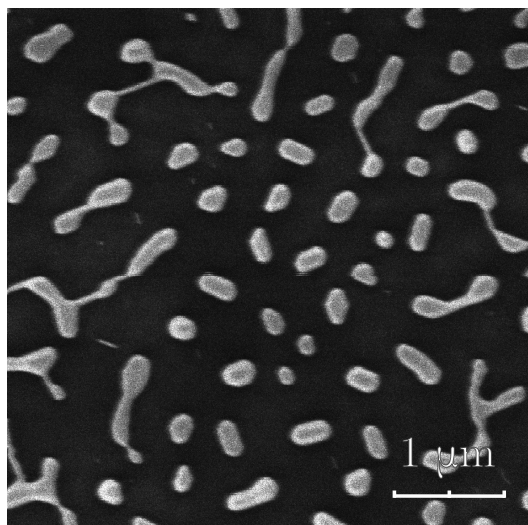
⁵Měření a depozice vzorku byla provedena Ing. Lucií Motyčkovou [93].

Prozatím není známo, zda při transformování mateřské vrstvy do nanoostrůvků nedochází k nehomogenímu rozložení prvků. Charakterizace prvkového složení jednotlivých AF a FM nanoostrůvků by přineslo nový vhled do oboru metamagnetických materiálů. Částečně lze tyto vlastnosti analyzovat pomocí LTEM spolu s EDX analýzou [55]. Nevýhodou je možnost analýzy pouze tenkých vrstev FeRh, kde nedochází, nebo dochází odlišně k formování AF fáze oproti objemovým strukturám. K analýze objemových struktur je možné použít více technik s následnou korelací snímků. Technikami je ale nutné měřit totožnou oblast nanoostrůvků, kterou je velmi problematické najít. Takto vytvořené korelované snímky zároveň často vykazují neúplnou korelaci v celé mapované oblasti, kvůli odlišným obrazovým deformacím (artefaktům) vzniklých během měření. Přesnou in-situ analýzu objemových struktur je nyní možné provést pomocí korelované MFM-SEM.

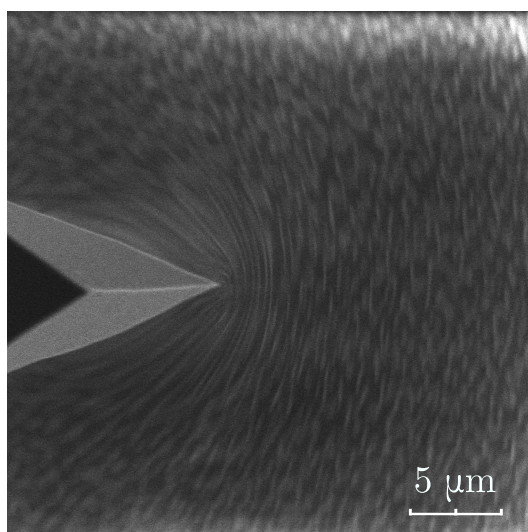
Vzhledem k nevodivému MgO substrátu a vzájemně izolovaným ostrůvkům FeRh dochází při rastrování elektronovým svazkem k silnému nabíjení vzorku. Nabíjení lze výrazně zredukovat optimálním nastavením elektronového svazku tak, aby emitované SE byly v rovnováze s absorbovanými primárními elektrony. Tento stav je nejjednodušší dosáhnout při nízkých energiích pod 2 kV. Kvůli záměru provádět v budoucnu i EDX analýzu, která pro většinu prvků vyžaduje energii svazku > 10 keV, není možné použít takto nízké energie. Emisní rovnováhy lze dosáhnout také v omezeném rozsahu vyšších energií. Pro čisté MgO existuje druhá emisní rovnováha v energetickém rozmezí (6,2 – 6,5) kV [94]. Očekávalo se, že na použitém vzorku bude toto rozmezí posunuté z důvodu částečného překryvu substrátu FeRh nanoostrůvky. Postupnou optimalizací energie a proudu primárního svazku bylo nalezeno stabilní nastavení při 8,2 kV a 43 pA. Energie 8,2 kV není pro EDX analýzu optimální, ale měla by být možná při zaměření na Fe K_{α} přechod (6,403 keV) a Rh L_{α} přechod (2,696 keV). Nízký proud by pro zachycení dostatečného signálu při EDX vyžadoval velice dlouhý sběr. Nastavení bylo dostatečně stabilní pro standardní SE obrázek (4.32), ale pro EDX je nevhodné z důvodu ujždění obrazu v delším časovém horizontu.

Ve chvíli, kdy do lokace vzorku snímané elektronovým mikroskopem byla přiváděna magnetická sonda, došlo k okamžitému deformování obrazu v blízkosti hrotu (obrázek 4.33). Když byla sonda opětovně vzdálena od aktuální lokace, došlo k navrácení původního obrazu. Podobné artefakty se při měření CPEM objevují a mají původ v různém elektrostatickém potenciálu vzorku a hrotu sondy z důvodu nabíjení. V tomto případě však k deformaci obrazu docházelo i v případě, kdy sonda byla od skenované oblasti vzdálena o 200 μm a nebyla tedy elektronovému svazku vystavena. Při použití nemagnetické sondy v takové vzdálenosti od elektronového svazku normálně k ovlivňování svazku už nedochází. Deformace se projevovala na astigmatičnosti svazku, která si vyžádala navýšení stigmátorů mikroskopu o $\sim 250\%$ z původní hodnoty 3,2 % na 8 %. Deformace svazku má původ v kombinaci nabíjení vzorku a magnetického pole okolo sondy. Pro možnost současného korelovaného měření bude nutné vzorek pokrýt tenkou vodivou vrstvou Au nebo C, která zabrání nabíjení vzorku. Tím se zabrání deformaci elektronového svazku vlivem magnetické sondy a zároveň bude možné provést dlouhou EDX analýzu i při vyšší energiích a proudech. Před depozicí vodivé vrstvy na FeRh vzorek pro možnost korelovaného MFM-SEM měření bylo nutné prokázat schopnost

měření MFM na tomto vzorku.



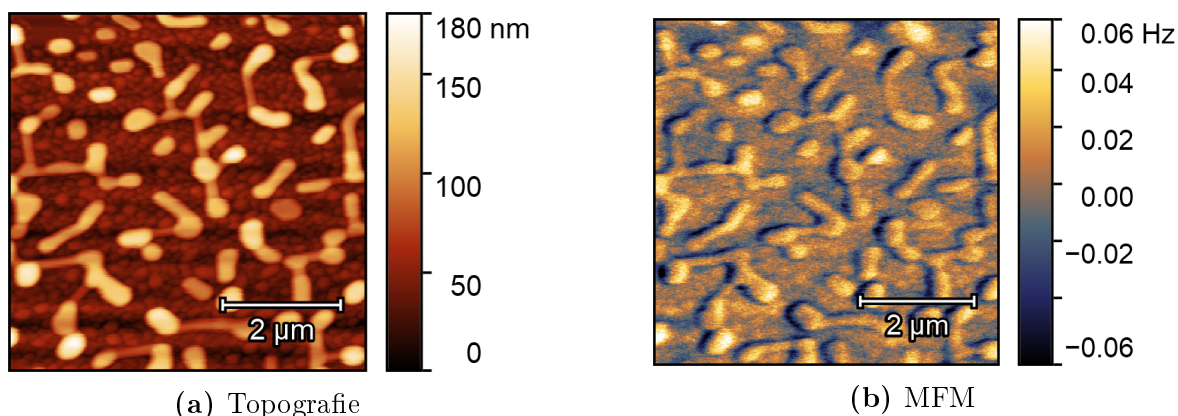
Obrázek 4.32: Snímek SE z elektronového mikroskopu MIRA XMU s umístěným zařízením LiteScope. Měřeno při 8,2 kV, proudu na vzorku 43 pA a čtyřnásobném liniovém průměrování.



Obrázek 4.33: Deformace obrazu tvořeného SE z důvodu nabíjení FeRh vzorku a přítomnosti magnetické sondy na povrchu vzorku.

Demonstrována jsou dvě měření, provedené sondou s nízkou (obrázek 4.34) a s vysokou (obrázek 4.36) magnetickou citlivostí. Méně citlivá sonda byla vyrobena depozicí kobaltového pásku z jedné strany hrotu. Více citlivá sonda byla vytvořena depozicí homogenní vrstvy a přidaného nanodrátku. Obě sondy měly totožný poloměr hrotu 21 nm, který zaručoval stejnou kvalitu topografie. Kvůli rozdílným citlivostem sond, jsou však naměřená MFM vizuálně velmi odlišná.

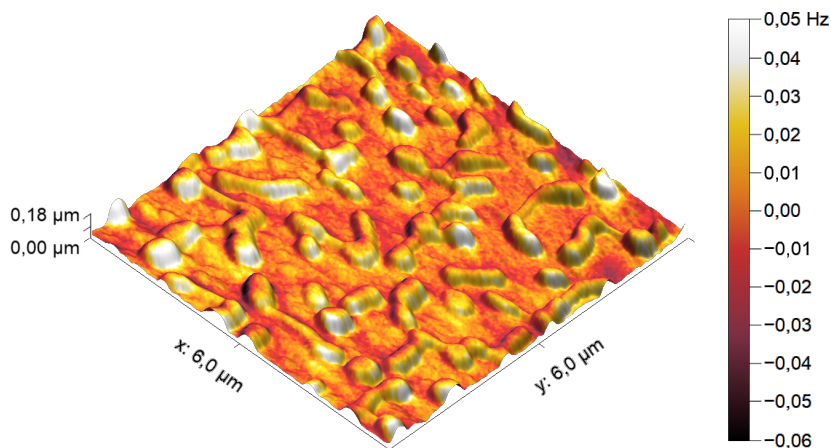
MFM snímáné sondou s páskem (obrázek 4.34) má vizuálně velice dobré laterální rozlišení, lze v něm pozorovat změny magnetického pole v těsné blízkosti nanoostrůvků, přičemž mezi ostrůvky je téměř homogenní pozadí s viditelným šumem. Díky nižší



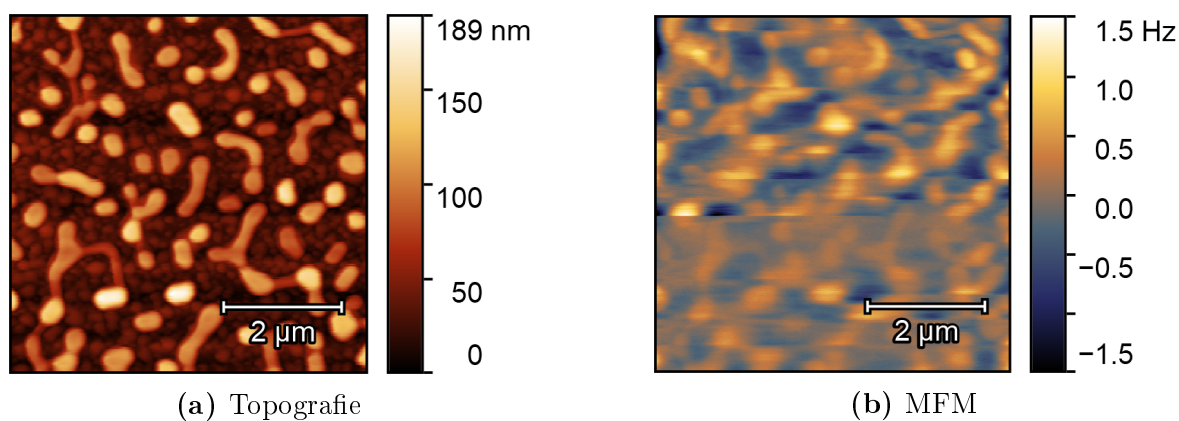
Obrázek 4.34: MFM měření FeRh nanostrůvků na MgO(001) substrátu. Pro měření byla použita sonda s jednostranným magnetickým páskem. Měření prokazuje schopnost záznamu magnetických vlastností vzorku při vysokém laterálním rozlišení. Ve snímku jsou kvůli nižší citlivosti sondy zachyceny pouze oblasti v těsné blízkosti ostrůvků kde je magnetické pole nejsilnější. Na snímku (b) lze pozorovat různou magnetickou konfiguraci jednotlivých magnetických nanostrůvků. Z měření je zřejmé, že protáhlejší ostrůvky preferují magnetizaci v rovině vzorku projevující se na snímku odlišným kontrastem na opačných stranách ostrůvku. Menší, více symetrické, ostrůvky zato často vykazují magnetizaci směrem z roviny vzorku. Měřeno v elektronovém mikroskopu MIRA XMU.

citlivosti jsou dobře viditelná natočení magnetizace jednotlivých ostrůvků. Protáhlejší ostrůvky jsou často orientovány v rovině vzorku. To se projevuje rozdílným kontrastem na opačných stranách ostrůvku. V menších symetričtějších ostrůvcích se oproti tomu vyskytuje i magnetizace směřující jasně mimo rovinu vzorku. Nad těmito ostrůvky dochází k výraznému ovlivnění sondy a tak vzniku silného MFM signálu nad celým ostrůvkem. Magnetizace jednotlivých ostrůvků je zřetelně viditelná v případě sesazení magnetického signálu přes topografii oblasti (obrázek 4.35). Některé ostrůvky vykazují pouze minimální signál ve srovnání s okolím, což naznačuje AF fázi.

Data získaná použitím sondy s nanodrátem (obrázek 4.36) mají podobně jako předešlá data jasně výrazné oblasti v blízkosti ostrůvků, ale ve srovnání jsou zdánlivě rozmazané. K rozmazání dochází kvůli přítomnosti materiálu po celém obvodu hrotu, který interaguje s jinými oblastmi než magnetický nanodráť. Zároveň kvůli vyšší citlivosti sondy, dochází k detekci vlivu i slabšího magnetického pole dále od ostrůvků. V MFM snímku tak lze pozorovat spíše rozložení provázaného magnetického pole ve směru kolmo na rovinu vzorku. Oproti topografii (obrázek 4.36a) je v MFM signálu (obrázek 4.36b) viditelný skok v intenzitě signálu. Skok v intenzitě signálu MFM byl způsoben náhlým přitažením magnetické nanočástice na stěny nanodráty (viz SEM snímek na obrázku 4.20). Tím došlo ke změně magnetické konfigurace hrotu, snížení magnetické silové interakce a poklesu intenzity signálu.



Obrázek 4.35: Topografický profil oblasti s FeRh ostrůvky překrytý mapou MFM signálu. Ze snímku jsou zřetelné oblasti s různě orientovaným a intenzivním magnetickým polem vycházejícím z nanoostrůvků. Měřeno ve vakuové komoře mikroskopu MIRA XMU.



Obrázek 4.36: MFM měření FeRh nanostrůvků na MgO(001) substrátu. Pro měření byla použita sonda s homogenní kobaltovou vrstvou a nanodrát. Z horní poloviny snímku (b) je zřetelná výrazně vyšší citlivost oproti měření na obrázku 4.34. Sonda z důvodu vyšší citlivosti lépe reaguje na slabší magnetické pole dále od nanostrůvků a proto se obraz jeví více rozmazaně. Pokles citlivosti MFM v druhé polovině obrázku (b) byl způsoben přitáhnutím magnetické nanočástice ze vzorku na stěnu nanodrátu. Tím došlo k rekonfiguraci magnetizace hrotu mimo jeho osu a tím ke ztrátě citlivosti (obrázek 4.20). Měřeno ve vakuové komoře elektronového mikroskopu MIRA XMU.

5. Závěr

Začátek zde předložené práce byl věnován úvodu do mikromagnetismu a obsahoval motivaci pro jeho studium. Úvod provedl čtenáře základy fyziky magnetického pole, vzniku magnetismu v materiálech a jejich členěním. Byl popsán důvod vnitřního samouspořádávání magnetických momentů feromagnetik, antiferomagnetik a ferimagnetik. Zároveň byl vysvětlen vznik magnetických domén a doménových stěn ve feromagnetických materiálech. Zbytek kapitoly byl věnován popisu představitele moderních magnetických nanomateriálů, magnetických cylindrických nanovláken. Byly popsány standardní metody a materiály pro výrobu nanovláken s důrazem na galvanické pokovování a slitinu $\text{Co}_x\text{Ni}_{(100-x)}$. Byla také popsána fyzika mikromagnetismu uvnitř cylindrických nanovláken a to převážně ve spojení s doménovými stěnami a jejich pohybem. V návaznosti na problematiku mikromagnetismu uvnitř cylindrických magnetických nanovláken jsou v úvodu čtenáři představena aktuálně zkoumaná témata odepínacího pole doménových stěn, chování doménových stěn s Blochovým bodem (magnetickou singularitou) a Walkerův rozpad.

Druhá kapitola obsahovala popis vybraných magnetických mikroskopických technik MOKE, XMCD-PEEM, LTEM, SEMPA a MFM. V rámci popisu těchto technik byly také vysvětleny techniky TEM, SEM a AFM. Ty jsou potřebné pro pochopení přidružených magnetických technik. Popis uvedených mikroskopií také sledoval možnosti kombinace magnetického měření s jinými analyzačními technikami. Zvláštní důraz byl kladen na popis MFM a SEM, které jsou velice často používány pro charakterizaci magnetických nanostruktur a byly také převážně využívány v této práci. Pochopení MFM a SEM je zároveň nutné pro vysvětlení principu korelativní techniky CPEM. CPEM je prováděná na mikroskopu LiteScopeTM brněnské firmy NenoVision a spojuje techniky SPM a analyzační nástroje SEM.

Třetí kapitola byla věnována průběhu a výsledkům získaným pod vedením Oliviera Frucharta v Grenoblu, Francii v rámci pobytu ERASMUS+. Cílem kapitoly je představit příklad standardních postupů výzkumu v oblasti mikromagnetismu moderních nanomateriálů právě na cylindrických nanovlákních. Kapitola obsahuje popis postupu jejich výroby galvanickým plnění porézní Al_2O_3 membrány a ukazuje dosažené výsledky z jejich studia, které jsou součástí rozsáhlejší materiálové studie. Publikace je stále v přípravě. Jedním z výsledků výzkumu bylo objevení snižující se velikosti odepínacího pole v $\text{Co}_x\text{Ni}_{100-x}$ nanovlákních se zvyšujícím se obsahem Co. Trend je naznačen i pro různé krystalinity nanovláken ovlivněné žíháním, nebo regulovaným pH galvanického roztoku. Neopomenutelné je zdokumentované měření dosud nezaznamenané rychlosti pohybu doménové stěny v homogenních $\text{Co}_x\text{Ni}_{100-x}$ nanovlákně. Při měření byla zaznamenána

rychlost pohybu přes 2 km/s a byl zdokumentován běžný výskyt pohybů s rychlostí nad 1 km/s. Kromě výsledků obsahuje kapitola i nastínění nedostatků standardních mikromagnetických mikroskopů v oblasti analýzy magnetických nanomateriálů. Tyto nedostatky ukazují význam a potřebu vyvíjené korelované MFM-SEM.

V poslední kapitole byl popsán průběh vývoje korelované MFM-SEM na zařízení LiteScope™. Absence komerčně dostupných magnetických samosnímacích sond v době vývoje, byla vyřešena návrhem a výrobou vlastních magnetických samosnímacích sond. K výrobě bylo využito techniky FEBID a prekursoru $\text{Co}_2(\text{CO})_8$.

Pro výrobu tenkých vrstev na hrotech bylo nejprve nutné, v návaznosti na předchozí studie věnované depozici z $\text{Co}_2(\text{CO})_8$, stanovit rychlost depozice struktur při vybraných konfiguracích elektronového svazku. Funkčnost metody výroby magnetických sond byla úspěšně otestována na křemíkových sondách s deponovanou tenkou kobaltovou vrstvou v mikroskopu Dimension ICON. Během následné výroby magnetických samosnímacích sond byly navrženy celkem tři možné depoziční strategie s možností přidání ochranné Pt nebo SiO_2 vrstvy. Jedná se o sondy s jednostranným magnetickým páskem, sondy s homogenní magnetickou vrstvou a sondy s magnetickou vrstvou a magnetickým nanodrát. Testováním těchto sond byla prokázána laditelnost magnetické citlivosti sond dle použité strategie. Sonda pouze s páskem v rámci měření prokázala dobrou mechanickou odolnost a dobré rozlišení, ale vykazovala nízký signál. Použité sondy s kobaltovou vrstvou a nanodrát bez výjimky vykazovaly nejvyšší citlivost, protože nanodrát na sondě slouží jako magnetický vodič. V budoucnu by bylo vhodné otestovat kombinaci magnetického nanopásku různých šířek s přidaným nanodrát.

Aby bylo možné měřit MFM, bylo nutné provést redukci šumu magnetického signálu. To se povedlo vyřešit dodatečným kontrolním skriptem pro měření dvoupásmových sondových technik. Při měřeních spolu se SEM bylo zjištěno významné přitahování sond směrem ke vzorku. To je nutné kompenzovat zvýšením vzdálenosti hrotu a povrchu pro druhý průchod v kontrolním softwaru.

Po optimalizaci techniky MFM byly demonstrovány možnosti použití korelované MFM-SEM na zařízení LiteScope™. Demonstračně byly změřeny různé moderní magnetické nanomateriály jako je několikavrstvý vzorek PtCo, magnetická cylindrická CoNi nanovlákna, NiFe vortexové mikrostruktury a metamagnetické nanoostrůvky FeRh.

V práci byl popsán význam studia magnetických materiálů a byl jasně demonstrován potenciál použití techniky korelované MFM-SEM v tomto odvětví. Tato nová technika otevírá úplně nové obzory možné analýzy materiálu, což v budoucnu může zákonitě přinést dosud nezjištěné poznatky. Jak řekl Sir Humphry Davy: „*Za vědecký pokrok většinou vdčíme novým vědeckým nástrojům, které máme k dispozici, nežli intelektuálním schopnostem. Nic nepozvedne vědění tak, jako nový nástroj.*“¹ [95].

¹ Překlad z anglického „*Sometimes the progress of science is due less to our intellectual powers than to the tools that our disposal. Nothing promotes the advancement of knowledge so much as a new instrument.*“

Literatura

- [1] Fruchart, O. *Lecture Notes on Nanomagnetism*. SPINTEC (Université Grenoble Alpes, CNRS & CEA), 2018.
- [2] Blundell, S. *Magnetism in Condensed Matter*. Oxford University Press, Oxford, 2001, s. 238. ISBN 978-0-19-850591-4.
- [3] Staňo, M. a Fruchart, O. Magnetic Nanowires and Nanotubes. V E. Brück (ed.), *Handbook of Magnetic Materials*, vyd. 27, s. 155–267. Elsevier, 2018. ISBN 9780444641618. doi:[10.1016/bs.hmm.2018.08.002](https://doi.org/10.1016/bs.hmm.2018.08.002).
- [4] Vázquez, M. (ed.). *Magnetic Nano- and Microwires: Design, Synthesis, Properties and Applications*. Woodhead Publishing, 2. edice, 2020, s. 997. ISBN 9780081028322.
- [5] Uhlíř, V. *Current-Induced Magnetization Dynamics in Nanostructures*. Dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2010.
- [6] Poggio, M. Determining magnetization configurations and reversal of individual magnetic nanotubes. V *Magnetic Nano- and Microwires*, s. 491–517. Elsevier, 2. edice, 2020. ISBN 9780081028322. doi:[10.1016/B978-0-08-102832-2.00017-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102832-2.00017-7).
- [7] Stoner, B. E. C. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 240 (826), **1948**, s. 599–642. doi:[10.1098/rsta.1948.0007](https://doi.org/10.1098/rsta.1948.0007).
- [8] Jamet, S., Da Col, S., Rougemaille, N., *et al.* Quantitative analysis of shadow x-ray magnetic circular dichroism photoemission electron microscopy. *Physical Review B*, 92 (14), **2015**, s. 144428. doi:[10.1103/PhysRevB.92.144428](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.92.144428).
- [9] Muñoz, M. a Prieto, J. L. Suppression of the intrinsic stochastic pinning of domain walls in magnetic nanostripes. *Nature Communications*, 2 (1), **2011**, s. 562. doi:[10.1038/ncomms1575](https://doi.org/10.1038/ncomms1575).
- [10] Alejos, O., Raposo, V., a Martínez, E. Domain Wall Motion in Magnetic Nanostrips. V *Materials Science and Technology*, s. 1–49. Wiley, 2020. ISBN 9783527603978. doi:[10.1002/9783527603978.mst0459](https://doi.org/10.1002/9783527603978.mst0459).
- [11] Beach, G., Tsoi, M., a Erskine, J. Current-induced domain wall motion. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320 (7), **2008**, s. 1272–1281. doi:[10.1016/j.jmmm.2007.12.021](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.12.021).

- [12] Piraux, L., Dubois, S., a Fert, A. Perpendicular giant magnetoresistance in magnetic multilayered nanowires. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 159 (3), **1996**, s. L287–L292. doi:[10.1016/0304-8853\(96\)00373-3](https://doi.org/10.1016/0304-8853(96)00373-3).
- [13] Piraux, L., Dubois, S., Fert, A., a Belliard, L. The temperature dependence of the perpendicular giant magnetoresistance in Co/Cu multilayered nanowires. *The European Physical Journal B*, 4 (4), **1998**, s. 413–420. doi:[10.1007/s100510050398](https://doi.org/10.1007/s100510050398).
- [14] Narayanapillai, K., Qiu, X., Rhensius, J., a Yang, H. Thermally assisted domain wall nucleation in perpendicular anisotropy trilayer nanowires. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 47 (10), **2014**, s. 105005. doi:[10.1088/0022-3727/47/10/105005](https://doi.org/10.1088/0022-3727/47/10/105005).
- [15] Alejos, O., Raposo, V., Sanchez-Tejerina, L., a Martinez, E. Efficient and controlled domain wall nucleation for magnetic shift registers. *Scientific Reports*, 7 (1), **2017**, s. 11909. doi:[10.1038/s41598-017-12230-9](https://doi.org/10.1038/s41598-017-12230-9).
- [16] Wartelle, A., Trapp, B., Staño, M., *et al.* Bloch-point-mediated topological transformations of magnetic domain walls in cylindrical nanowires. *Physical Review B*, 99 (2), **2019**, s. 024433. [arXiv:1806.10918](https://arxiv.org/abs/1806.10918). doi:[10.1103/PhysRevB.99.024433](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.99.024433).
- [17] Yan, M., Kákay, A., Gliga, S., a Hertel, R. Beating the Walker Limit with Massless Domain Walls in Cylindrical Nanowires. *Physical Review Letters*, 104 (5), **2010**, s. 057201. doi:[10.1103/PhysRevLett.104.057201](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.104.057201).
- [18] Krause, S., Herzog, G., Stapelfeldt, T., *et al.* Magnetization Reversal of Nanoscale Islands: How Size and Shape Affect the Arrhenius Prefactor. *Physical Review Letters*, 103 (12), **2009**, s. 127202. doi:[10.1103/PhysRevLett.103.127202](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.103.127202).
- [19] Ross, C. A., Chantrell, R., Hwang, M., *et al.* Incoherent magnetization reversal in 30-nm Ni particles. *Physical Review B*, 62 (21), **2000**, s. 14252–14258. doi:[10.1103/PhysRevB.62.14252](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.62.14252).
- [20] Nielsch, K., Wehrspohn, R., Barthel, J., *et al.* High density hexagonal nickel nanowire array. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 249 (1-2), **2002**, s. 234–240. doi:[10.1016/S0304-8853\(02\)00536-X](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(02)00536-X).
- [21] Allwood, D. A. Magnetic Domain-Wall Logic. *Science*, 309 (5741), **2005**, s. 1688–1692. doi:[10.1126/science.1108813](https://doi.org/10.1126/science.1108813).
- [22] Bordet, A., Lacroix, L.-M., Fazzini, P.-F., *et al.* Magnetically Induced Continuous CO₂ Hydrogenation Using Composite Iron Carbide Nanoparticles of Exceptionally High Heating Power. *Angewandte Chemie International Edition*, 55 (51), **2016**, s. 15894–15898. doi:[10.1002/anie.201609477](https://doi.org/10.1002/anie.201609477).
- [23] Meffre, A., Mehdaoui, B., Connord, V., *et al.* Complex Nano-objects Displaying Both Magnetic and Catalytic Properties: A Proof of Concept for Magnetically Induced Heterogeneous Catalysis. *Nano Letters*, 15 (5), **2015**, s. 3241–3248. doi:[10.1021/acs.nanolett.5b00446](https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.5b00446).

- [24] Özkale, B., Shamsudhin, N., Chatzipirpiridis, G., *et al.* Multisegmented FeCo/Cu Nanowires: Electrosynthesis, Characterization, and Magnetic Control of Biomolecule Desorption. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 7 (13), **2015**, s. 7389–7396. doi:[10.1021/acsami.5b01143](https://doi.org/10.1021/acsami.5b01143).
- [25] Peng, H.-X., Qin, F., a Phan, M.-H. *Ferromagnetic Microwire Composites*. Engineering Materials and Processes. Springer International Publishing, Cham, 2016, s. 99–117. ISBN 978-3-319-29274-8. doi:[10.1007/978-3-319-29276-2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-29276-2).
- [26] Sixtus, K. J. a Tonks, L. Propagation of Large Barkhausen Discontinuities. *Physical Review*, 37 (8), **1931**, s. 930–958. doi:[10.1103/PhysRev.37.930](https://doi.org/10.1103/PhysRev.37.930).
- [27] Belova, L. M., Hellwig, O., Dobisz, E., a Dan Dahlberg, E. Rapid preparation of electron beam induced deposition Co magnetic force microscopy tips with 10 nm spatial resolution. *Review of Scientific Instruments*, 83 (9), **2012**, s. 093711. doi:[10.1063/1.4752225](https://doi.org/10.1063/1.4752225).
- [28] Huth, M., Porraiti, F., a Dobrovolskiy, O. Focused electron beam induced deposition meets materials science. *Microelectronic Engineering*, 185–186, **2018**, s. 9–28. doi:[10.1016/j.mee.2017.10.012](https://doi.org/10.1016/j.mee.2017.10.012).
- [29] Schöbitz, M., Novotný, O., Trapp, B., *et al.* Intrinsic magnetic domain wall pinning in cylindrical CoNi nanowires. *In preparation*, , **2020**, s. 1–8.
- [30] Schöbitz, M., De Riz, A., Martin, S., *et al.* Fast Domain Wall Motion Governed by Topology and Ørsted Fields in Cylindrical Magnetic Nanowires. *Physical Review Letters*, 123 (21), **2019**, s. 217201. doi:[10.1103/PhysRevLett.123.217201](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.123.217201).
- [31] Elmen, G. W. Magnetic Alloys of Iron, Nickel, and Cobalt*. *Bell System Technical Journal*, 15 (1), **1936**, s. 113–135. doi:[10.1002/j.1538-7305.1936.tb00721.x](https://doi.org/10.1002/j.1538-7305.1936.tb00721.x).
- [32] Da Col, S., Jamet, S., Rougemaille, N., *et al.* Observation of Bloch-point domain walls in cylindrical magnetic nanowires. *Physical Review B*, 89 (18), **2014**, s. 180405. doi:[10.1103/PhysRevB.89.180405](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.89.180405).
- [33] Landeros, P., Suarez, O. J., Cuchillo, A., a Vargas, P. Equilibrium states and vortex domain wall nucleation in ferromagnetic nanotubes. *Physical Review B*, 79 (2), **2009**, s. 024404. doi:[10.1103/PhysRevB.79.024404](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.79.024404).
- [34] Forster, H., Schrefl, T., Suess, D., *et al.* Domain wall motion in nanowires using moving grids (invited). *Journal of Applied Physics*, 91 (10), **2002**, s. 6914. doi:[10.1063/1.1452189](https://doi.org/10.1063/1.1452189).
- [35] Hertel, R. Computational micromagnetism of magnetization processes in nickel nanowires. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 249 (1-2), **2002**, s. 251–256. doi:[10.1016/S0304-8853\(02\)00539-5](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(02)00539-5).

- [36] Wieser, R., Nowak, U., a Usadel, K. D. Domain wall mobility in nanowires: Transverse versus vortex walls. *Physical Review B*, 69 (6), **2004**, s. 064401. doi:[10.1103/PhysRevB.69.064401](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.69.064401).
- [37] Wieser, R., Vedmedenko, E. Y., Weinberger, P., a Wiesendanger, R. Current-driven domain wall motion in cylindrical nanowires. *Physical Review B*, 82 (14), **2010**, s. 144430. doi:[10.1103/PhysRevB.82.144430](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.82.144430).
- [38] Bran, C., Berganza, E., Palmero, E. M., *et al.* Spin configuration of cylindrical bamboo-like magnetic nanowires. *Journal of Materials Chemistry C*, 4 (5), **2016**, s. 978–984. doi:[10.1039/C5TC04194E](https://doi.org/10.1039/C5TC04194E).
- [39] Chizhik, A., Gonzalez, J., Gawroński, P., a Stupakiewicz, A. Helical magnetic structures in amorphous microwires: Magneto-optical study and micromagnetic simulations. V *Magnetic Nano- and Microwires*, s. 519–534. Elsevier, 2020. doi:[10.1016/B978-0-08-102832-2.00018-9](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102832-2.00018-9).
- [40] Méndez, M., Vega, V., González, S., *et al.* Effect of Sharp Diameter Geometrical Modulation on the Magnetization Reversal of Bi-Segmented FeNi Nanowires. *Nanomaterials*, 8 (8), **2018**, s. 595. doi:[10.3390/nano8080595](https://doi.org/10.3390/nano8080595).
- [41] García Fernández, J., Vega Martínez, V., Thomas, A., *et al.* Two-Step Magnetization Reversal FORC Fingerprint of Coupled Bi-Segmented Ni/Co Magnetic Nanowire Arrays. *Nanomaterials*, 8 (7), **2018**, s. 548. doi:[10.3390/nano8070548](https://doi.org/10.3390/nano8070548).
- [42] Da Col, S., Jamet, S., Staño, M., *et al.* Nucleation, imaging, and motion of magnetic domain walls in cylindrical nanowires. *Applied Physics Letters*, 109 (6), **2016**, s. 062406. doi:[10.1063/1.4961058](https://doi.org/10.1063/1.4961058).
- [43] Hertel, R. Ultrafast domain wall dynamics in magnetic nanotubes and nanowires. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 28 (48), **2016**, s. 483002. doi:[10.1088/0953-8984/28/48/483002](https://doi.org/10.1088/0953-8984/28/48/483002).
- [44] Fangohr, H., Chernyshenko, D. S., Franchin, M., *et al.* Joule heating in nanowires. *Physical Review B*, 84 (5), **2011**, s. 054437. doi:[10.1103/PhysRevB.84.054437](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.84.054437).
- [45] Hopster, H. a Oepen, H. P. *Magnetic Microscopy of Nanostructures*, vyd. 3 z *NanoScience and Technology*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005, s. 318. ISBN 978-3-540-40186-5. doi:[10.1007/b137837](https://doi.org/10.1007/b137837).
- [46] Flajšman, L. *VECTORIAL KERR MAGNETOMETRY*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2015.
- [47] Pilet, N., Raabe, J., Stevenson, S. E., *et al.* Nanostructure characterization by a combined x-ray absorption/scanning force microscopy system. *Nanotechnology*, 23 (47), **2012**, s. 475708. doi:[10.1088/0957-4484/23/47/475708](https://doi.org/10.1088/0957-4484/23/47/475708).

- [48] Spence, H. *Springer Handbook of Microscopy*. Springer Handbooks. Springer International Publishing, Cham, 2019, s. 1–1561. ISBN 978-3-030-00068-4. doi:[10.1007/978-3-030-00069-1](https://doi.org/10.1007/978-3-030-00069-1).
- [49] L. Reimer. *Transmission Electron Microscopy*, vyd. 36 z *Springer Series in Optical Sciences*. Springer New York, New York, NY, 2008. ISBN 978-0-387-40093-8. doi:[10.1007/978-0-387-40093-8](https://doi.org/10.1007/978-0-387-40093-8).
- [50] FEI. An introduction to electron microscopy, 2010. Dostupné z <https://www.fei.com/documents/introduction-to-microscopy-document/#gsc.tab=0>.
- [51] Shibata, N., Findlay, S. D., Kohno, Y., *et al.* Differential phase-contrast microscopy at atomic resolution. *Nature Physics*, 8 (8), **2012**, s. 611–615. doi:[10.1038/nphys2337](https://doi.org/10.1038/nphys2337).
- [52] Lichte, H. a Lehmann, M. Electron holography—basics and applications. *Reports on Progress in Physics*, 71 (1), **2008**, s. 016102. doi:[10.1088/0034-4885/71/1/016102](https://doi.org/10.1088/0034-4885/71/1/016102).
- [53] Bogner, A., Jouneau, P.-H., Thollet, G., *et al.* A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging. *Micron*, 38 (4), **2007**, s. 390–401. doi:[10.1016/j.micron.2006.06.008](https://doi.org/10.1016/j.micron.2006.06.008).
- [54] Inkson, B. J. *Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization*. Elsevier Ltd, 2016, s. 17–43. ISBN 9780081000571. doi:[10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X).
- [55] Almeida, T. P., Temple, R., Massey, J., *et al.* Quantitative TEM imaging of the magnetostructural and phase transitions in FeRh thin film systems. *Scientific Reports*, 7 (1), **2017**, s. 1–11. doi:[10.1038/s41598-017-18194-0](https://doi.org/10.1038/s41598-017-18194-0).
- [56] Reimer, L. *Scanning Electron Microscopy*, vyd. 45 z *Springer Series in Optical Sciences*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1998. ISBN 978-3-642-08372-3. doi:[10.1007/978-3-540-38967-5](https://doi.org/10.1007/978-3-540-38967-5).
- [57] Hubert, A. a Schäfer, R. *Magnetic domains: The analysis of magnetic microstructures*, vyd. 3. Springer, Berlin, 2009, s. 673. ISBN 978-3-540-64108-7.
- [58] Siegmann, H. C., Pierce, D. T., a Celotta, R. J. Spin-Dependent Absorption of Electrons in a Ferromagnetic Metal. *Physical Review Letters*, 46 (6), **1981**, s. 452–455. doi:[10.1103/PhysRevLett.46.452](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.46.452).
- [59] Unguris, J., Pierce, D. T., Galejs, A., a Celotta, R. J. Spin and Energy Analyzed Secondary Electron Emission from a Ferromagnet. *Physical Review Letters*, 49 (1), **1982**, s. 72–76. doi:[10.1103/PhysRevLett.49.72](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.49.72).
- [60] Pierce, D. T. Spin-polarized electron microscopy. *Physica Scripta*, 38 (2), **1988**, s. 291–296. doi:[10.1088/0031-8949/38/2/035](https://doi.org/10.1088/0031-8949/38/2/035).

- [61] Mironov, V. *Fundamentals of scanning probe microscopy*. Russian academy of sciences, Institute for physics of microstructures, Nizhniy Novgorod, 2004.
- [62] Cappella, B. a Dietler, G. Force-distance curves by atomic force microscopy. *Surface Science Reports*, 34 (1-3), **1999**, s. 1–104. doi:[10.1016/S0167-5729\(99\)00003-5](https://doi.org/10.1016/S0167-5729(99)00003-5).
- [63] Novotný, O. *Mechanické buzení SPM sond s integrovaným senzorem*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2019.
- [64] Ferri, F., Pereira-da Silva, M., a Marega, E. Magnetic Force Microscopy: Basic Principles and Applications. V *Atomic Force Microscopy - Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale*. InTech, 2012. doi:[10.5772/34833](https://doi.org/10.5772/34833).
- [65] Ciuta, G., Dumas-Bouchiat, F., Dempsey, N. M., a Fruchart, O. Some Aspects of Magnetic Force Microscopy of Hard Magnetic Films. *IEEE Transactions on Magnetics*, 52 (9), **2016**, s. 1–8. doi:[10.1109/TMAG.2016.2558642](https://doi.org/10.1109/TMAG.2016.2558642).
- [66] NenoVision. LiteScope package, 2021. Dostupné z <https://www.nenovision.com/litescopetm/litescope-package/#tabs> (Zobrazeno 2021-04-24).
- [67] HEGROVÁ, V. *Aplikace korelativní AFM/SEM mikroskopie*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2019.
- [68] NenoVision. Applications, 2021. Dostupné z <https://www.nenovision.com/applications/> (Zobrazeno 2021-05-06).
- [69] Schöbitz, M., de Riz, A., Martin, S., *et al.* Supplementary material for Fast domain wall motion governed by topology and Oersted fields in cylindrical magnetic nanowires. *Supplementary material*, , **2019**, s. 1–5.
- [70] Nečas, D. a Klapetek, P. Gwyddion, 2019. Dostupné z <http://gwyddion.net/> (Zobrazeno 2021-05-08).
- [71] Rasband, W. ImageJ, 2018. Dostupné z <https://imagej.net/Welcome> (Zobrazeno 2021-05-08).
- [72] NenoVision. LiteScope™, 2021. Dostupné z <https://www.nenovision.com/> (Zobrazeno 2021-05-19).
- [73] Nanosensors. Akiyama-Probe (A-Probe) guide, 2018. Dostupné z https://www.akiyamaprobe.com/AKIYAMA-PROBE_Guide_v2.pdf (Zobrazeno 2021-04-20).
- [74] GETec Microscopy GmbH. PRSA 300×100µm Si-Tip Probes. Dostupné z <https://www.sclsensortech.com/> (Zobrazeno 2021-04-20).
- [75] Lázníčka, T. *Vývoj sond pro kombinovanou mikroskopii magnetických sil a elektronovou mikroskopii*. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2018.

- [76] Stiller, M., Barzola-Quiquia, J., Esquinazi, P. D., *et al.* Functionalized Akiyama tips for magnetic force microscopy measurements. *Measurement Science and Technology*, 28 (12), **2017**, s. 125401. doi:[10.1088/1361-6501/aa925e](https://doi.org/10.1088/1361-6501/aa925e).
- [77] Lin, C., Chen, W., Tsay, J., *et al.* Structures and magnetic properties of Co and CoFe films prepared by magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 519 (23), **2011**, s. 8379–8383. doi:[10.1016/j.tsf.2011.03.091](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.03.091).
- [78] Porrati, F., Pohlit, M., Müller, J., *et al.* Direct writing of CoFe alloy nanostructures by focused electron beam induced deposition from a heteronuclear precursor. *Nanotechnology*, 26 (47), **2015**, s. 475701. doi:[10.1088/0957-4484/26/47/475701](https://doi.org/10.1088/0957-4484/26/47/475701).
- [79] Huth, M., Porrati, F., Schwalb, C., *et al.* Focused electron beam induced deposition: A perspective. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 3 (1), **2012**, s. 597–619. doi:[10.3762/bjnano.3.70](https://doi.org/10.3762/bjnano.3.70).
- [80] Utke, I., Hoffmann, P., a Melngailis, J. Gas-assisted focused electron beam and ion beam processing and fabrication. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 26 (4), **2008**, s. 1197. doi:[10.1116/1.2955728](https://doi.org/10.1116/1.2955728).
- [81] Fernández-Pacheco, A., Skoric, L., De Teresa, J. M., *et al.* Writing 3D nanomagnets using focused electron beams. *Materials*, 13 (17), **2020**, s. 1–21. doi:[10.3390/MA13173774](https://doi.org/10.3390/MA13173774).
- [82] De Teresa, J. M., Fernández-Pacheco, A., Córdoba, R., *et al.* Review of magnetic nanostructures grown by focused electron beam induced deposition (FE-BID). *Journal of Physics D: Applied Physics*, 49 (24), **2016**. doi:[10.1088/0022-3727/49/24/243003](https://doi.org/10.1088/0022-3727/49/24/243003).
- [83] Vyroubal, O. *Deposition of magnetic nanostructures using EBID and optimization of their chemical composition and morphology*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2016.
- [84] Fernández-Pacheco, A., De Teresa, J. M., Córdoba, R., a Ibarra, M. R. Magneto-transport properties of high-quality cobalt nanowires grown by focused-electron-beam-induced deposition. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42 (5), **2009**, s. 055005. doi:[10.1088/0022-3727/42/5/055005](https://doi.org/10.1088/0022-3727/42/5/055005).
- [85] Córdoba, R., Fernández-Pacheco, R., Fernández-Pacheco, A., *et al.* Nanoscale chemical and structural study of Co-based FEBID structures by STEM-EELS and HRTEM. *Nanoscale Research Letters*, 6 (1), **2011**, s. 592. doi:[10.1186/1556-276X-6-592](https://doi.org/10.1186/1556-276X-6-592).
- [86] Lavenant, H., Naletov, V., Klein, O., *et al.* Mechanical magnetometry of Cobalt nanospheres deposited by focused electron beam at the tip of ultra-soft cantilevers. *Nanofabrication*, 1 (1), **2014**, s. 65–73. doi:[10.2478/nanofab-2014-0006](https://doi.org/10.2478/nanofab-2014-0006).

- [87] Friedli, V. a Utke, I. Optimized molecule supply from nozzle-based gas injection systems for focused electron- and ion-beam induced deposition and etching: simulation and experiment. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 42 (12), **2009**, s. 125305. doi:[10.1088/0022-3727/42/12/125305](https://doi.org/10.1088/0022-3727/42/12/125305).
- [88] Šamořil, T. *Application of the focused ion and electron beam in nanotechnologies*. Dizertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2015.
- [89] Ermolaeva, O., Gusev, N., Skorohodov, E., *et al.* Magnetic Force Microscopy of Nanostructured Co/Pt Multilayer Films with Perpendicular Magnetization. *Materials*, 10 (9), **2017**, s. 1034. doi:[10.3390/ma10091034](https://doi.org/10.3390/ma10091034).
- [90] Erkovan, M., Öcal, M. T., a Öztürk, O. Tuning Magnetic Properties Polycrystalline of PtCo Alloys Films with Pt. , **2013**, s. 3–5. [arXiv:1401.0227](https://arxiv.org/abs/1401.0227).
- [91] Utke, I., Michler, J., Winkler, R., a Plank, H. Mechanical Properties of 3D Nanostructures Obtained by Focused Electron/Ion Beam-Induced Deposition: A Review. *Micromachines*, 11 (4), **2020**, s. 397. doi:[10.3390/mi11040397](https://doi.org/10.3390/mi11040397).
- [92] Oxford Instrument plc. EBSD Explained. *EBSD Explained*, , **2015**, s. 1–23.
- [93] Motyčková, L. *Magnetic properties of self-assembled FeRh nanomagnets*. Diplomová práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2020.
- [94] Cazaux, J. e-Induced secondary electron emission yield of insulators and charging effects. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 244 (2), **2006**, s. 307–322. doi:[10.1016/j.nimb.2005.10.006](https://doi.org/10.1016/j.nimb.2005.10.006).
- [95] Moreno/Lyons Productions LLC. Humphry Davy: Chemistry's Greatest Showman, 2015. Dostupné z <http://www.mysteryofmatter.net/Davy.html> (Zobrazeno 2021-03-26).

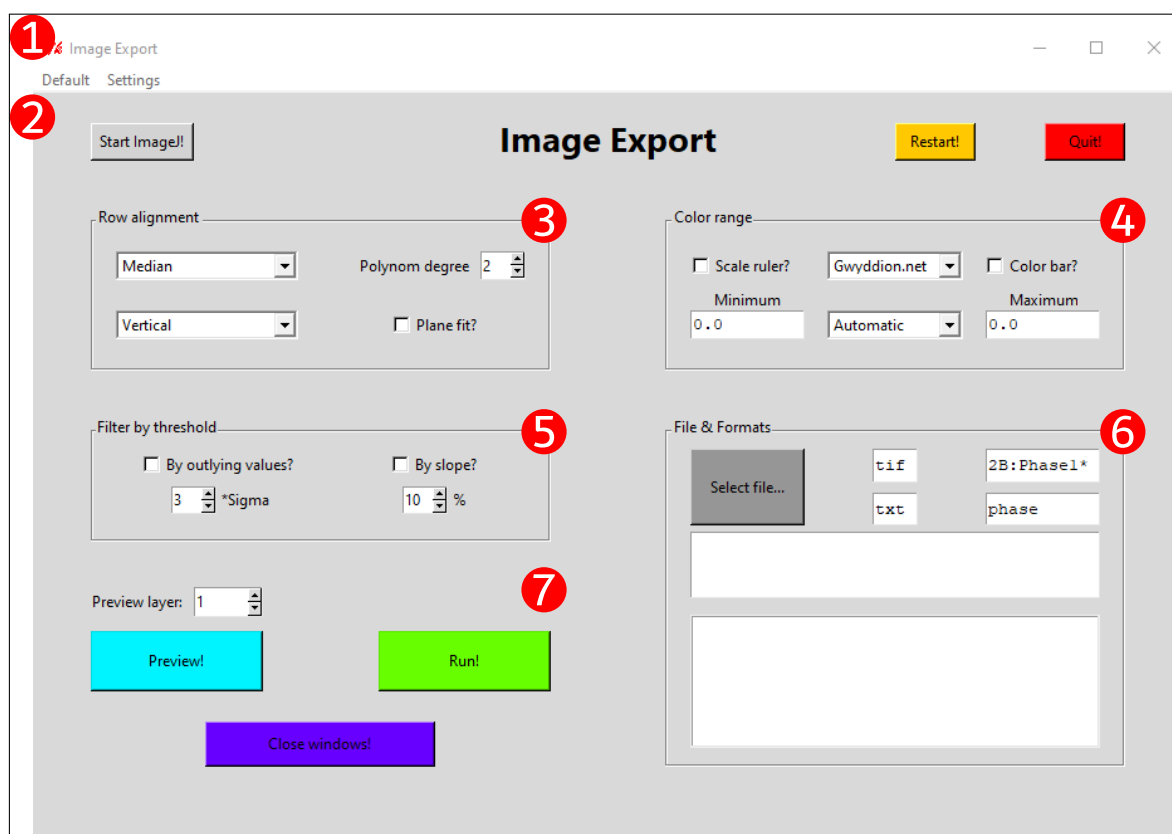
Zkratky

AFM	Atomic Force Microscopy – Mikroskopie atomárních sil
ALD	Atomic Layer Deposition – Depozice atomárních vrstev
BPW	Bloch Point Wall – Stěna s Blochovým bodem
BSE	Back Scattered Electrons – Zpětně odražené elektrony
CEA	Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives – Alternative Energiers and Atomic Eneregy Commiission
CI	Integrační konstanta zpětné vazby
CNRS	Centre national de la recherche scientifique – National Centre for Scientific Research
CP	Proporcionální konstanta zpětné vazby
CPEM	Correlated Probe nad Electron Microscopy – Korelovavaná sondová a elektronová mikroskopie
DW	Domain Wall - Doménová stěna
EBSD	Electron Back Scattered Diffraction – Difrakce zpětně odražených elektronů
EDX	Energy Dispersive X-ray spectroscopy – Energiově disperzní rentgenová spektroskopie
FEBID	Focused Ion Beam Induced Deposition – Indukovaná depozice fokusovaným elektronovým svazkem
GIS	Gas Injection System – Systém vstřikování plynů
HDD	Hard Drive Disk
HV	High Vakuum – Vysoké vakuum
LP	Low-Pass filtr – Filtr dolní propusti
LTEM	Transmisní elektronová mikroskopie v Lorentzově režimu
MAE	Magnetic Anisotropy Energy – Magnetokrystalická anizotropní energie
MFM	Magnetic Force Microscopy – Magnetická silová mikroskopie
MOKE	Magnetooptický Kerrův Jev
NW	Nanowire – Nanovlákn
Py	Permalloy
SE	Sekundární Elektrony
SEM	Scanning Electron Microscopy – Rastrovací elektronový mikroskop

SEMPA	Scanning Electron Microscopy with Polarisation Analyzer či spin-SEM
SPM	Scanning Probe Microscopy – Rastrovací sondový mikroskop
TEM	Transmisní Elektronový Mikroskop
TVW	Transverse-Vortex Wall – Transverzálně-vířivá stěna
UHV	Ultra High Vacuum – Ultra vysoké vakuum
VUT	Vysoké učení technické v Brně
XMCD-PEEM	X-ray Magnetic Circular Dichroism Photoemission Electron Microscopy – Rentgenová magnetická cirkulární dichroická fotoemisní elektronová mikroskopie

A. Program ImageExport pro automatické zpracování měření

Image Export je program pro rychlý export obrazových vrstev z formátu .mdt firmy NT-MDT používaných v jejich zařízeních. Program umožňuje na základě uživatelských preferencí nalézt optimální nastavení pro export datových vrstev a poté provede automatických export všech požadovaných vrstev ze souboru.



Obrázek A.1: Okno uživatelského prostředí Image Export: (1) Lišta menu a (2) Uživatelská oblast s popisem jednotlivých částí: (3) Sektor nastavení srovnání řádků – *Row alignment*, (4) Sektor nastavení barevné škály – *Color range*, (5) Sektor nastavení filtrace vad – *Filter by threshold*, (6) Sektor nastavení vstupních vrstev a výstupních souborů – *File & Formats* a (7) Sektor ovládání programu.

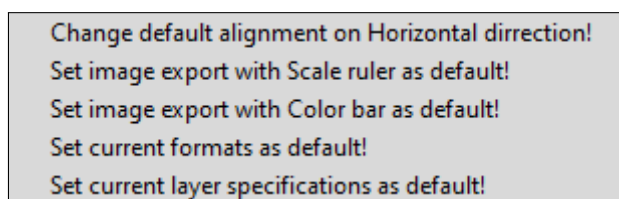
Image Export je kvůli kompatibilitě s balíčkem "gwy", který je využíván pro primární funkce programu, založený na 32-bitovém jazyku Python 2.7. Vestavěná funkce programu pro převod dat z čtvercových pixelů do fyzických rozměrů je postavena na

programovacím jazyku ImageJ Java a využívá externího programu ImageJ. Image Export si během procesu sám program ImageJ otevře, vloží do něj integrovaný kód Java a po ukončení prací ImageJ ukončí.

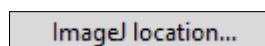
Image Export je vestavěn do uživatelsky přívětivého prostředí navrhnutého okna programu (obrázek A.1), které je rozděleno do dvou hlavních částí. Program obsahuje vestavěnou funkci nápovědy, která při najetí kurzoru na místo ukáže uživateli popis funkce jednotlivých komponent programu.

A.1 Lišta menu

Lišta menu (obrázek A.1) obsahuje název programu Image Export a standardní ovládací tlačítka oken Windows pro minimalizaci, zvětšení/zmenšení okna a uzavření programu. Ve spodní části obsahuje záložky pro změnu základního nastavení programu – *Default* a *Settings*. Záložka *Default* (obrázek A.2) obsahuje funkce pro definování základních parametrů programu. *Settings* (obrázek A.3) umožňuje lokalizovat program ImageJ na disku počítače.



Obrázek A.2: Záložka *Default*



Obrázek A.3: Záložka *Settings*

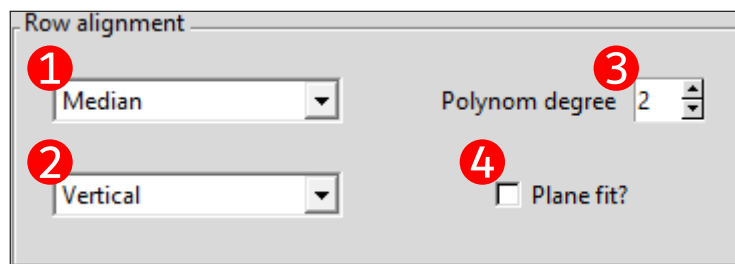
A.2 Uživatelská oblast

Uživatelská oblast je hlavní část okna programu Image Export (obrázek A.1). Oblast je rozdělena do pěti boxů (sektorů) a obsahuje veškeré nastavení pro zpracování dat. V horním pravém rohu obsahuje vestavěnou funkci pro restart a vypnutí programu Image Export.

Box „Row alignment“

Box „Row alignment“ obsahuje dostupné možnosti pro srovnání dat pomocí řádkové korekce a proložení roviny. Viz obrázek A.4.

Metody Rolovací menu pro volbu použité metody srovnání řádků: None (Žádná), Polynomial (Polynom), Median (Medián), Median of differences (Medián rozdílu), Modus, Matching (Lícování).



Obrázek A.4: Box *Row alignment* obsahuje: (1) Metodu srovnání, (2) Směr, (3) Polynom degree a (4) Plane fit?.

Směr Rolovací menu pro nastavení směru řádkové korekce: Horizontal (Horizontální), Vertical (Vertikální). Výchozí hodnota lze změnit v liště nastavení v záložce *Default*.

Polynom degree Maximální hodnota použitého polynomu, jestliže je vybráno řádkové srovnání polynomem.

Plane fit? Při zatržení políčka *Plane fit?* program proloží data rovinou (vyrovná).

Box „Color range“



Obrázek A.5: Box *Color range* obsahuje: (1) Ruler, (2) Minimum, (3) Palette, (4) Range, (5) Color bar a (6) Maximum.

Box „Color range“ obsahuje dostupné možnosti nastavení typu a rozsahu barevné škály výsledných obrázků. Viz obrázek A.5.

Scale ruler? Při zatržení políčka *Scale ruler?* budou výstupní obrázky ohraničeny vnějším měřítkem. Bez zaškrtnutí budou obrázky bez měřítka.

Minimum Minimální hodnota rozsahu barevné škály, jestliže je vybráno User range.

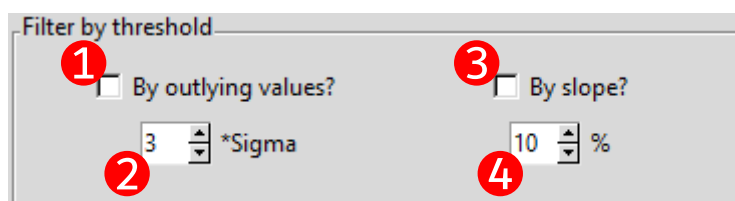
Palette Rolovací menu pro volbu možných barevných škál: Gwyddion.net, Grey, Green, Blue-Yellow, Sky, Warm, Red, Rainbow2.

Range Rolovací menu k nastavení škálovací metody: Full range – rozsah podle nejmenší a největší hodnoty v datech, User range – škála je určena hodnotami v kolonce Minimum a Maximum, Automatic – automatická metoda určení škály na základě rozložení hodnot, Non-linear – nelineární barevná škála. Pozor, Non-linear nastavení může významně zkreslit data v obrázku!

Color bar? Při zatržení políčka *Color bar?* budou obrázky exportovány se stupnicí barevné škály.

Maximum Maximální hodnota rozsahu barevné škály, jestliže je vybráno *User range*.

Box „Filter by threshold“



Obrázek A.6: Box *Filter by threshold* obsahuje: (1) Outlying values filter, (2) Limit sigma, (3) Slope filter and (4) Limit sklonu.

Box „*Filter by threshold*“ obsahuje možnosti použití dvou filtrů pro odstranění chyb v datech (primárně určeno na odstranění lokálních šrámů). Zvolený filtr vytváří masku dat, která určuje pixely které budou nastaveny na průměrnou hodnotu dat. Lze použít pouze jeden z filtrů nebo oba zároveň (v tomto případě dojde ke sečtení masek). Viz obrázek A.6.

By outlying values? Při zatržení políčka *By outlying values?* bude aktivní Sigma filtr. Data která nejsou v rozsahu definované odchylky sigma (standartní odchylka v distribuci popsane Gaussovou funkcí), budou změněny na průměrnou hodnotu dat.

Limit sigma Specifikuje hodnotu parametru sigma určující odchylku sigma filtru.

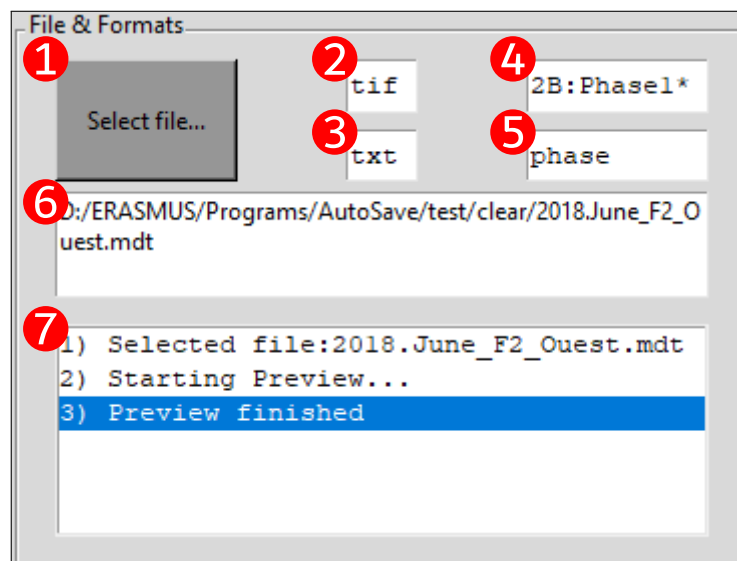
By slope? Při zatržení políčka *By slope?* bude aktivní Gradientní filtr. Pixely s vyšší než povolenou deviací hodnoty od sousedního pixelu budou změněny na průměrnou hodnotu dat.

Limit sklonu Specifikuje maximální povolenou procentuální změnu (gradient) mezi sousedícími pixely.

Box „File & Format“

Obsahuje funkci pro vložení analyzovaného souboru do programu, umožňuje nastavit výstupní formát obrazu a podpůrných souborů. Lze zde nastavit parametry hledaných vrstev uvnitř analyzovaného souboru, příponu výstupních souborů a obsahuje kontrolní panel zobrazující cestu k aktivnímu souboru a záznam činnosti programu. Viz obrázek A.7.

Select file... Otevře dialogové okno pro vyhledání vstupního .mdt souboru ke zpracování.



Obrázek A.7: Box *File & Format* obsahuje: (1) Select file..., (2) Formát obrázku, (3) Formát dat, (4) Název vrstev, (5) Název obrázku, (6) Aktivní soubor a (7) Záznam programu.

Formát obrázku Nastavení přípony exportovaného obrazového souboru vrstev. Podporované formáty jsou png; jpg; jpeg; tif a tiff. Jeli vybrán formát tif dojde automaticky k přeškálování pixelů do fyzických rozměrů.

Formát dat Nastavení přípony podpůrného textového souboru. Podporované formáty jsou txt a csv. Jeli zvolen typ txt dojde po provedení exportu obrazů datových vrstev k odstranění podpůrných souborů. Jestliže je zvolen typ csv dojde také k odstranění podpůrných txt souborů, ale bude uložen přídatný csv soubor obsahující použité metadata jednotlivých obrázků.

Název vrstev Specifikace názvu hledané vrstvy pro export ze souboru .mdt. Specifikace musí být v souladu se standardy práce (syntax¹) s názvy souborů v jazyku Python 2.7. Pro nalezení názvů vrstev souboru je možné použít program Gwyddion: Menu → *Info* → *Ukázat prohlížeč dat*.

Název obrázku Zde uvedený textový řetězec bude sloužit jako přípona k exportovaným souborům. Jeli prázdné, soubory jsou exportovány jen s názvem rovným číslu vrstvy.

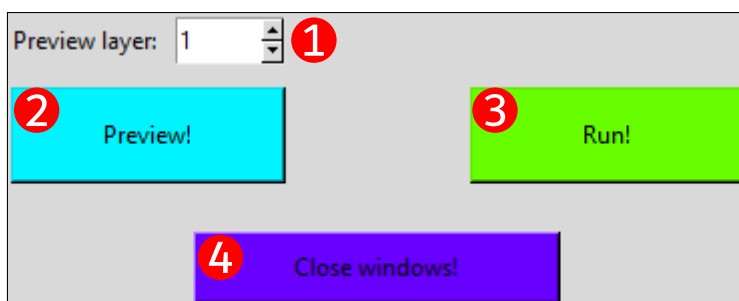
Aktivní soubor Obsahuje úplnou cestu k aktuálně aktivnímu souboru.

Záznam programu Obsahuje scrollovatelný záznam činnosti programu pro jednoduchou kontrolu fungování programu Image Export.

¹Diakritika není podporována. Symbol hvězdičky "*" označuje libovolné pokračování textového řetězce. Na příklad vstup „*Phase“ nechá program vyhledat a exportovat veškeré vrstvy v aktivním souboru obsahující slovo „Phase“.

Ovládací sektor

Ovládací sektor obsahuje prvky pro zahájení exportu obrazových vrstev, pro tvorbu náhledových snímků, volbu vrstvy použité pro náhled a umožňuje uzavřít otevřené náhledová okna. Viz obrázek A.8.



Obrázek A.8: Ovládací oblast se skládá z funkcí: (1) Preview layer, (2) Preview, (3) Run a (4) Close windows

Preview layer Určuje která z vrstev (vybraných dle nastaveného názvu vrstev) bude zobrazena pro náhledový obrázek. Před zahájením exportu všech vrstev je vhodné si funkčnost použitého nastavení ověřit na alespoň dvou různých vrstvách ze souboru.

Preview Spustí proces zpracování na jednu vybranou vzorovou vrstvu dle aktuálního nastavení. Zpracovaný snímek je uložen v dočasném souboru a otevřen ve vyskakovacím okně, které je označeno počítadlem náhledů pro snadnější záznam různých nastavení (obrázek A.9).

Run Spustí zpracování celého aktivního souboru podle použitého nastavení programu ve zbytku uživatelské oblasti. Obrázky jsou exportovány do stejného adresáře ve kterém se nachází aktivní soubor .mdt². Po ukončení exportu, je uložen aktivní soubor ve formátu .gwy, který obsahuje všechny změny v požadovaných vrstvách. Původní .mdt soubor není programem nijak ovlivněn.

Close windows Uzavře všechna náhledová okna a resetuje počítadlo náhledů.



Obrázek A.9: Náhledové okno obrázků

²Je doporučeno pro jednotlivé .mdt soubory vytvořit samostatné složky.